Postverlagsort Berlin

FRESENIUS' ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

150. BAND, 6. (SCHLUSS-) HEFT

MIT 6 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 30. APRIL 1956)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1956

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Band 150 (Schluß-) Heft 6

Inhaltsverzeichnis

Originalabhandlungen Seite

Rao, V. Panduranga, B. V. S. R. Murty and **G. Gopala Rao,** Volumetric Estimation of Uranium, Part III, with Ceric Sulphate Using Diphenylbenzidine and N- Phenylanthranilic Acid as Inside Indicators 401

Erdey, L., und **G. Svehla,** Ascorbinometrische Bestimmung von Hexacyanoferrat(III). Mit 2 Textabbildungen 407

Kovařík, M., und **M. Moučka,** Die Anwendung der Pyrogallolcarbonsäure als komplexometrischem Indicator 416

Deckert, W., Eisen(III)-rhodanidpapier als analytisches Reagens bei Luftuntersuchungen 421

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Department of Chemistry, Andhra University, Waltair (India)

Volumetric Estimation of Uranium-Part III, with Ceric Sulphate

Using Diphenylbenzidine and N-Phenylanthranilic Acid as Inside Indicators

By

V. Panduranga Rao, B. V. S. R. Murty and G. Gopala Rao

(Eingegangen am 19. Dezember 1955)

Among the volumetric methods available for the determination of uranium, the most commonly adopted procedure consists in the reduction of uranium VI salt to uranium IV salt and the subsequent titration of the uranium IV salt with an oxidising agent like potassium permanganate, ceric sulphate, potassium dichromate, sodium vanadate or ferric sulphate. A survey of the older literature shows that the only titration that proceeds to a satisfactory end point directly at room-temperature is with potassium permanganate. Potassium permanganate has been employed by Lundell and Knowles[6], Furman and Schoonover[3] and others. An accuracy of 0.1 percent is reported in the estimation of 50 to 500 mg. of uranium. Smales and Wilson[12] and Chapman and Duncan[2] have carried out the permanganatometric titrations of micro quantities of uranium IV solutions with ferroin as internal indicator.

Willard and Young[13] were the first to employ ceric sulphate for the titration of uranium IV solutions using ferroin as indicator. They state that the reaction is rapid at 50° C. Adding one drop of 0.025 M. indicator solution at the beginning, they noticed a sharp colour change from brownish-yellow to a clear green at the end point. Birnbaum and Edmonds[1] reported that the ferroin indicator dissociates rapidly at 50° C in 4 N hydrochloric acid, so that the pink colour fades perceptibly long before the end point is reached. They found that in titrations, where the approximate titre was not known and the ceric sulphate had to be added slowly, the colour faded entirely and it was usually necessary to add more indicator near the end of the titration. Birnbaum and Edmonds considered the direct titration of uranium IV at 50° C with ceric sulphate unsatisfactory. Moreover, the solution needs protection from air, if it is heated earlier than just before the end point is reached. They also stated that "the titration at room-tamperature is unsatisfactory apparently because of the slowness of the reaction between the ceric ion and quadrivalent uranium". The authors have found however, that in the presence of phosphoric acid the reaction is rapid at the room

temperature and the end point is sharp.They have recommended the direct titration of uranium IV solutions with ceric sulphate in the cold in the following manner. After passage through the reductor, the uranium solution is cooled, 3 ml. of 85 percent phosphoric acid and one drop of 0.025 M ferroin indicator solution are added and the solution is then titrated with 0.01 molar ceric sulphate. When the solution cools, a precipitate of silver chloride usually forms but this does not interfere with the detection of the end point in any manner. At the end point, a fraction of a drop of the oxidant sharply bleaches the colour of the indicator. Pekola and Furman[10] and Mason, Pekola and Furman[7] have also added phosphoric acid in the titration of uranium IV solution in 4 N sulphuric acid medium. Other workers have preferred to add an excess of ceric sulphate followed by back-titration with ferrous sulphate. Still others have added excess ferric salt and titrated with standard ceric sulphate.

Following the statements of Birnbaum and Edmonds, it appears to be tacitly assumed that the reaction between uranium IV and cerium IV is slow at room-temperature. But a consideration of the potentials involved makes one believe that the reaction must indeed be very rapid. It is well known that potassium permanganate with a potential of 1.51 volts rapidly oxidises the uranium IV (standard potential, 0.407 volts) at the room-temperature. In view of this, it is difficult to believe that the reaction with cerium IV is slow, as cerium IV has very nearly the same potential (1.44 volts). Moreover, it was found by Korach, Nessle, Sinclair and Casto[4] that the rate of oxidation of uranium IV in 5 percent sulphuric acid by even iron III (with only a potential of 0.77 volts) is very rapid at the room-temperature. They followed the rate of oxidation through the changes in the absorption maximum of uranium IV at 6500 Å and found the rate of oxidation faster than the time of addition and absorption measurements (approximately one minute). From these findings, they express the opinion that titrations of uranium IV with iron III at the room-temperature would be feasible if some way could be found for speeding up the rate of establishment of potential equilibrium at the electrode. It is interesting to note in this connection, that Kwiatkowski, Owens, Grimes and Orlemann[5] have stated that the amperometric titration of uranium IV can be made with iron III at the room-temperature under an atmosphere of nitrogen with an error of 0.3 to 0.5 percent in macro titrations and—1.8 to 2.8 in semi-micro titrations. It is significant that the titration of uranium IV by iron III with thiocyanate as internal indicator requires a high temperature.

In parts I and II of this series[8, 9], we have shown that the titration of uranium IV can be carried out with potassium dichromate (1.33 volts) and sodium vanadate (1.002 volts) at the room-temperature. It is only

in 1952, that SILL and PETERSON[11] have stated that the cerium IV—uranium IV reaction takes place rapidly. They found that "sulphatoceric acid can be added to a dilute sulphuric acid solution of uranium IV at the full speed of delivery of the burette without producing the yellow colour of excess of cerium IV". They adduced evidence in favour of the view that the catalytic effect of phosphoric acid observed by BIRNBAUM and EDMONDS is more concerned with the reaction between uranium IV and oxidised indicator than the reaction between uranium IV and cerium IV as is generally supposed.

In view of the above, we have considered it necessary to reinvestigate the determination of uranium IV with ceric sulphate at room-temperature making use of the indicators which have not so far been used. In this paper, we are reporting the results of our experiments with diphenylamine, diphenylbenzidine, diphenylaminesulphonic acid and N-phenylanthranilic acid as inside indicators.

Experimental

The reaction of diphenylamine, diphenylbenzidine, diphenylamine sulphonic acid or N-phenylanthranilic acid with ceric sulphate

For the satisfactory functioning of a redox indicator, it is necessary that (1) the addition of a slight excess of the oxidant rapidly produces the oxidised form of the indicator in sufficient concentration to enable the colour change to be noticed readily; if the reaction between the indicator and the oxidant is not fast enough it is possible that too much of the oxidant would have been added; (2) the oxidised form of the indicator must be rapidly reduced by the reductant under titration; if this is not the case, a premature end point may result.

The following experiments have been carried out to study the nature of the reaction between the redox indicator and cerium IV in the presence of substances that are likely to be present during the titration of uranium IV with cerium IV. Such substances are uranium IV, uranium VI, cerium III, cerium IV and phosphoric acid.

a) Influence of varying sulphuric acid concentration

To 50 ml. of dilute sulphuric acid of the desired concentration containing either (i) 0.5 ml. of 0.1 percent diphenylamine (D. A.) or (ii) 0.5 ml. of 0.1 percent diphenylbenzidine (D. B.) or (iii) two drops of 0.1 percent diphenylamine sulphonic acid (D. A. S.) or (iv) two drops of 0.1 percent N-phenylanthranilic acid (N. P. A.) 0.05 ml. of a 0.02 N ceric sulphate solution is added and the time taken for the appearance of the colour of the oxidised form of the indicator is noted. We have found that although the concentration of sulphuric acid is varied from 0.5 N. to 4.0 N the desired colour with each indicator developed instantaneously.

Further experiments have shown that the addition of the uranium VI salt (in amounts varying from 1 to 5 ml. of 0.05 N. solution) before adding the cerium IV solution has no measurable effect on the oxidation of the indicator. In a similar way, we have found that addition of relatively considerable quantities of cerium III salt solution is also without effect.

b) Influence of phosphoric acid

The results in Table 1 show that phosphoric acid has a very slight (though not appreciable) inhibitory effect on the oxidation of the indicator by cerium IV. With ferroin, however, the inhibitory effect appears to be somewhat more pronounced.

Table 1. *50 ml. of 1.0 N Sulphuric Acid + Indicator Solution + Phosphoric Acid + 0.05 ml. of 0.02 N Cerium IV Solution*

Volume of 80 percent phosphoric acid added in ml.	Time taken for the appearance of the colour of oxidised indicator in secs.				
	D. A.	B. D.	D. A. S.	N. P. A.	Ferroin
0.0	Instantaneous	Instantaneous	Instantaneous	Instantaneous	Instantaneous
1.0	2	2	2	2	20
2.0	3	3	3	3	40
3.0	4	4	4	4	50

Further experiments have shown that the addition of uranium VI salt does not enhance or counteract the slight inhibitory effect of phosphoric acid.

Reaction between the oxidised form of the indicator and the uranium IV salt

To 50 ml. of the dilute sulphuric acid solution containing the oxidised form of either (a) 0.5 ml. of 0.1 percent diphenylamine or (b) 0.5 ml. of 0.1 percent diphenylbenzidine or (c) two drops of 0.1 percent N-phenylanthranilic acid or two drops of 0.025 M. ferroin, 0.05 ml. of a 0.05 N uranium IV salt solution is added and the time taken for the appearance of the colour of the reduced form of the indicator is noted.

a) Effect of varying acid concentration on the speed of reduction of oxidised indicator by uranium IV (Table 2).

The results in Table 2 show that the reduction of the oxidised form of the indicator by uranium IV is rather slow and that the speed of the reduction is retarded by increasing the concentration of sulphuric acid.

b) Influence of phosphoric acid on the reduction of oxidised indicator by uranium IV (Table 3).

The results in Table 3 indicate that phosphoric acid somewhat retards the reduction of the oxidised indicator by uranium IV solution.

Table 2

Concentration of sulphuric acid n normality	Time taken for the appearance of the colour of the reduced indicator in secs.				
	D. A.	D. B.	D. A. S.	N. P. A.	Ferroin
0.5	50	50	50	50	2
1.0	60	60	60	60	3
3.0	180	180	180	80	8
4.0	>180	>180	>180	100	10

Table 3

Volume of 80 percent phosphoric acid added in ml.	Time taken for the appearance of the colour of the reduced indicator in secs.				
	D. A.	D. B,	D. A. S.	N. P. A.	Ferroin
0.0	50	50	50	50	3
1.0	80	80	80	80	5
2.0	180	180	180	180	5
3.0	>180	>180	>180	>180	5

Further experiments have shown that the addition of uranium VI salt does not effect the retarding influence of phosphoric acid on the reaction between the oxidised form of the indicator and the uranium IV.

In spite of the above findings, we have found that it is possible to carry out the direct titration of uranium IV in 0.5 to 1.0 N sulphuric acid solution with any of the redox indicators mentioned before, provided phosphoric acid is added in sufficient quantity (3 to 5 ml. of 80 percent phosphoric acid per 50 ml. of the reaction mixture). As the experimental results given in Tables 1, 2, and 3 go to show that such a titration should not be possible, we have to find an adequate explanation for the observation that the titration is possible, and that it gives accurate results. Our experiments have finally led us to the conclusion that the explanation is to be found in the fact that phosphoric acid assists the reduction of the oxidised form of the indicator by uranium IV by an induced mechanism. If to a slowly reacting mixture of oxidised indicator and uranium IV a drop of cerium IV solution is added the colour of the oxidised form of the indicator is discharged quickly, in the presence of phosphoric acid. This observation can only be explained by assuming that the reaction between uranium IV and cerium IV induces the reaction between uranium IV and the oxidised indicator. It is very significant that this induction does not occur in the absence of phosphoric acid, sufficiently rapidly to enable the titration to be carried out. It is interesting that even in the presence of phosphoric acid, the induction occurs with increasing difficulty with increasing sulphuric acid concentration.

The several reactions involved in the volumetric titration of uranium IV solution with cerium IV sulphate in 0.5 to 1.0 N. sulphuric acid in the presence and absence of phosphoric acid and a redox indicator may be represented by the scheme given bencath.

$$\text{Uranium IV} + \text{Cerium IV} \longrightarrow \text{fast} \quad \ldots \quad (1)$$

$$\text{Indicator} + \text{Cerium IV} \longrightarrow \text{fast} \quad \ldots \quad (2)$$

$$\text{Indicator} + \text{Cerium IV} \xrightarrow{H_3PO_4} \text{fairly rapid} \quad \ldots \quad (3)$$

$$\text{Oxidised indicator} + \text{Uranium IV} \longrightarrow \text{slow} \quad \ldots \quad (4)$$

$$\text{Oxidised indicator} + \text{Uranium IV} \xrightarrow{H_3PO_4} \text{slower} \quad \ldots \quad (5)$$

$$\text{Oxidised indicator} + \text{Uranium IV} \xrightarrow[+\text{ trace of Cer IV}]{H_3PO_4} \text{fast} \quad \ldots \quad (6)$$

$$\text{Oxidised indicator} + \text{Uranium IV} \xrightarrow[\text{of Cer IV}]{\text{trace}} \text{slow} \quad \ldots \quad (7)$$

We recommend the following procedure to be adopted for the titration of uranium IV solution in the cold with ceric sulphate solution using diphenylamine, diphenylbenzidine, diphenylamine sulphonate or N-phenylanthranilic acid as inside indicator. The overall acidity of the solution is kept at 0.5 to 1.0 N with respect to sulphuric acid or hydrochloric acid, and 3 to 5 ml. of 80 percent phosphoric acid are added to 50 ml. of the solution containing about 10 to 25 mg. of uranium. The titration with ceric sulphate solution is carried out with constant stirring. If the amount of uranium exceeds 25 mg. the amount of phosphoric acid should be increased to avoid the precipitation of uranium IV phosphate.

Numerous determinations of uranium IV have been made by us under these conditions and the results are found to be very accurate.

Sulphuric acid concentration cannot be increased very much above 1 N, because this retards the reaction (6) above. At 2 N sulphuric acid concentration, the titration is almost impossible with diphenylamine, diphenylbenzidine, or diphenylamine sulphonate. When the titration is carried out rapidly the blue-violet colour of the oxidised form of the indicator appears prematurely, corresponding to about 50 to 60 percent oxidation of uranium IV; thereafter the blue-violet colour disappears only very slowly, the difficulty increasing with further addition of every drop of cerium IV solution. When N-phenylanthranilic acid is used in 2 N sulphuric acid in place of 1 N sulphuric acid, we observe that in a rapid titration of uranium IV with cerium IV sulphate, the pink colour of the oxidised indicator appears when 80 to 90 percent of the uranium IV is oxidized, thereafter the colour disappears only after long waiting. With ferroin as indicator the titration can be carried without difficulty even in 2 N sulphuric acid solution. It is only when the concentration of the acid is still further increased that the difficulty mentioned above arises and that too only when less than 1 to 2 percent of uranium IV is still to be oxidized.

Summary

The use of diphenylamine, diphenylbenzidine, diphenylamine sulphonate and N-phenylanthranilic acid as inside indicators in the titration of uranium IV salt with ceric sulphate has been investigated in detail. Experimental conditions have been defined under which these indicators function efficiently.

References

[1] BIRNBAUM, N., and S. M. EDMONDS: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **12**, 155 (1940); cf. Z. analyt. Chem. **124**, 120 (1942). — [2] CHAPMAN, D. L., and J. F. DUNCAN: Rep. BR—508, Sept. 28 (1944). — [3] FURMAN, N. H., and I. C. SCHOONOVER: J. Amer. chem. Soc. **53**, 2561 (1931); cf. Z. analyt. Chem. **93**, 385 (1933). — [4] KORACH, M., G. NESSLE, E. E. SINCLAIR and C. C. CASTO: Rep. C—4. 100. 19, Aug., 11, (1945), p 2. — [5] KWIATKOWSKI, S., J. OWENS, W. R. GRIMES and E. F. ORLEMANN: Rep. C—4. 100. 20, Sept. 8, (1945), p. 16. — [6] LUNDELL, G. E. F., and H. B. KNOWLES: J. Amer. chem. Soc. **47**, 2637 (1925); cf. Z. analyt. Chem. **68**, 306 (1926). — [7] MASON, W. B., J. S. PEKOLA and N. H. FURMAN: Rep. A—1061, Nov. 17, (1944). — [8] PANDURANGA RAO, V., B. V. S. R. MURTY and G. GOPALA RAO: Z. analyt. Chem. **147**, 99 (1955). — [9] PANDURANGA RAO, V., B. V. S. R. MURTY and G. GOPALA RAO: Z. analyt. Chem. **147**, 161 (1955). — [10] PEKOLA, J. S., and N. H. FURMAN: Rep. A—1041, Sec. 2 F., June 30 (1944). — [11] SILL, C. W., and H. E. PETERSON: Analyt. Chemistry **24**, 1175 (1952); cf. Z. analyt. Chem. **143**, 306 (1954). — [12] SMALES, A. A., and H. N. WILSON: Rep. BR—150, Feb., 22 (1943). — [13] WILLARD, H. H., and P. YOUNG: J. Amer. chem. Soc. **55**, 3260 (1933); cf. Z. analyt. Chem. **95**, 305 (1933).

Prof. G. GOPALA RAO, Head of the Chemistry Department, Andhra University, Waltair (India)

Aus dem Institut für Allgemeine Chemie der Technischen Universität Budapest

Ascorbinometrische Bestimmung von Hexacyanoferrat (III)

Von

L. ERDEY und G. SVEHLA

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 27. Dezember 1955)

Von den zur Eisen(III)-cyanidbestimmung vorgeschlagenen, nicht sehr zahlreichen Verfahren wird in der Praxis meist die jodometrische Methode benutzt[25], die jedoch verschiedene Nachteile besitzt. Die Titration muß in Anwesenheit eines $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$-Niederschlages durchgeführt werden, der infolge Okklusion und Adsorption Fehler verursachen kann. Die Säurekonzentration muß in gewissen Grenzen gehalten werden. In zu schwach saurer Lösung wird das Jod nicht quantitativ freigesetzt,

in zu stark saurer Lösung dagegen zerfallen die $[Fe(CN)_6]^{3-}$-Ionen bereits merklich. Das zur Fällung benützte Zinksulfat muß vollständig rein sein, da sonst die Stärkeindication schlecht wahrnehmbar wird.

Die Ascorbinsäuremaßlösung wurde schon zur reduktometrischen Bestimmung zahlreicher Ionen, wie Eisen(III)[5], Chlorat[7], Bromat[9], Jodat und Jodid[10], Silber[14], Quecksilber(II)[15], Vanadin(V)[11, 12] und Kupfer(II)[16], weiterhin zur Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffes[17] und des Jods[13] erfolgreich herangezogen. Sie erwies sich nach unseren Erfahrungen auch zur Bestimmung von Eisen(III)-cyanid-Ionen geeignet. Da die Bestimmung durch eine direkte reduktometrische Titration erzielt wird, entfällt die Notwendigkeit der Anwesenheit eines vermittelnden Redoxsystems. Die Ausführung der Bestimmung geht viel rascher und einfacher vor sich als bei dem jodometrischen Verfahren. Die Nachteile des jodometrischen Verfahrens werden ohne Einbuße an Genauigkeit vermieden.

Die Reaktion zwischen Ascorbinsäure und Eisen(III)-cyanid verläuft stöchiometrisch nach folgender Gleichung:

$$2\,[Fe(CN)_6]^{3-} + C_6H_8O_6 \rightarrow 2\,[Fe(CN)_6]^{4-} + 2\,H^+ + C_6H_6O_6.$$

Die anfangs gelbe Lösung wird während der Reaktion allmählich farblos. Die infolge der Reaktion entstehende Säure muß während der Titration abgestumpft werden.

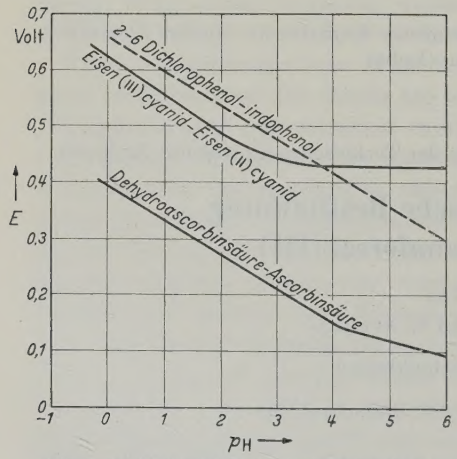


Abb. 1. p_H-Abhängigkeit der Redoxpotentiale

Der Vorgang spielt sich nur im p_H-Bereich 5—6 ab, da nur in diesem Gebiet die Differenz zwischen den Redoxnormalpotentialwerten des Systems Eisen(III) - cyanid — Eisen(II)-cyanid und des Systems Ascorbinsäure—Dehydroascorbinsäure derart groß wird, daß die Reaktion vollständig ablaufen kann (Abb. 1).

Das Redoxnormalpotential des Eisen(III) - cyanid) — Eisen(II)-cyanid - Systems nimmt nach Kolthoff[23] im p_H-Bereich 0 bis 2,5 ab, von da an bleibt es aber unverändert. Diese Art der Potentialabhängigkeit erklärt Kolthoff mit dem in stark saurer Lösung erfolgenden Dissoziationsrückgang der Säure $H_4[Fe(CN)_6]$. Damit wird die aktuelle Ionenkonzentration $[Fe(CN)_6]^{4-}$ sehr gering, und das Potential muß zunehmen. Der Normalpotentialwert beträgt bei p_H 5—6 0,43 Volt.

Das Redoxnormalpotential des Ascorbinsäure—Dehydroascorbinsäure-Systems ist ebenfalls p_H-abhängig. Die in der Literatur vorhandenen zahlenmäßigen Angaben über das Redoxnormalpotential dieses Systems weichen aber voneinander ziemlich ab[1, 2, 3, 18, 20, 21, 22, 24, 28]. Dies hat seinen Grund darin, daß die Ascorbinsäure und die Dehydroascorbinsäure im allgemeinen kein reversibles System bilden[21, 22]. Wird also durch Einwaage aus Ascorbinsäure und Dehydroascorbinsäure eine Lösung bereitet, so erhält man bei der Messung keine Gleichgewichtspotentiale. (Die Dehydroascorbinsäure kann nicht in erwünschter Reinheit isoliert werden, wodurch die Genauigkeit der Messungen ebenfalls beeinträchtigt wird[26]). Die Potentialwerte können deshalb nur mit Hilfe von vermittelnden Systemen (Mediatoren) ermittelt werden. Man fügt zu einer bekannten Menge Ascorbinsäure eine berechnete Menge des Oxydationsmittels, setzt ein wenig Mediator zu und mißt dann das Redoxpotential der entstandenen Lösung. Je nach dem verwendeten Oxydationsmittel erhält man verschiedene Ergebnisse. Die ausführlichsten und exaktesten Versuche stammen von Ball[1], der bei verschiedenen p_H-Werten $K_3Fe(CN)_6$ bzw. Chinon als Oxydationsmittel, Thionin, Methylenblau, Kupfersulfat und Indigotetrathionat als Mediatoren benützte. Die Redoxpotentialkurve des Systems Ascorbinsäure—Dehydroascorbinsäure in Abb. 1 ist nach den Versuchsergebnissen von Ball gezeichnet. Wir führten ähnliche Versuche aus wie Ball und erhielten auch einen ähnlichen Kurvenverlauf. Nur liegen unsere Potentialwerte im allgemeinen etwas höher als die von Ball.

Die Differenz der Redoxnormalpotentiale der beiden Systeme beträgt, wie aus der Abbildung ersichtlich, bei p_H 5—6 ungefähr 0,3 Volt. In der Nähe des Endpunktes einer Titration kann folglich ein Potentialsprung von 150—200 mV erwartet werden, der eine genügend genaue Bestimmung ermöglicht.

Reagentien und Lösungen. Die *0,1 n Ascorbinsäuremaßlösung* wurde nach Erdey u. Bodor[5, 8] bereitet durch Einwaage und Auflösen von 8,9 g Ascorbinsäure in 1 Liter Wasser in einer Glasapparatur destilliert. Der Titer der Lösung wurde eingestellt, indem man 20 ml 0,1 n Kaliumhydrogenjodatlösung mit 5 ml 2 n Salzsäure und wenig Kaliumjodid versetzte und das entstehende Jod fast bis zur Farblosigkeit mit der Ascorbinsäurelösung titrierte. Danach gab man wenig Natriumacetat und eine Messerspitze voll Indicatorgemisch (1 g Variaminblau : 500 g Natriumchlorid) zur Lösung und titrierte, bis die blaue Farbe verschwand. Der Ascorbinsäuretiter muß parallel zu jeder Titration neu eingestellt werden. Auch im Falle der Anwendung stabilisierter Ascorbinsäuremaßlösungen[6] ist es ratsam, den Faktor öfters zu prüfen.

Die zu den Versuchen benützten *0,1 n $K_3Fe(CN)_6$-* und *$K_4Fe(CN)_6$-Stammlösungen* wurden aus p.a.-Chemikalien durch Einwaage bereitet; ihr Wirkungswert wurde jodometrisch kontrolliert. Das bei der Bestimmung zur Anwendung kommende *Natriumacetat* darf keine Jodlösung verbrauchen. Es wird geraten, sich stets zu überzeugen, ob dies zutrifft.

Einfluß der Säurekonzentration. Die Vorversuche zeigten schon, daß die Reaktion sich nur in einer gepufferten Lösung abspielt. Zwecks gründlicherer Untersuchung des Einflusses der Säurekonzentration wurden bekannte Mengen der 0,5 n $K_3Fe(CN)_6$-Lösung mit verschiedenen Mengen von Natriumacetat versetzt und danach mit Ascorbinsäuremaßlösung in Gegenwart von Dichlorphenolindophenol als Indicator titriert. Reproduzierbare Ergebnisse wurden dann erhalten, wenn die ursprünglich neutrale Lösung auf 100 ml Endvolumen wenigstens 4 g Natriumacetat enthielt. War die Lösung anfänglich sauer, so gelang es nicht, durch Natriumacetatzusatz einen geeigneten p_H-Wert einzustellen.

Im Falle der Untersuchung einer neutralen Lösung gibt man also 5—6 g (bei einem Endvolumen von mehr als 100 ml 8—10 g) Natriumacetat hinzu und titriert danach mit Ascorbinsäure. Ist die Lösung sauer oder alkalisch, so muß sie zunächst mit 2 n Salzsäure bzw. 2 n NaOH-Lösung gegen Phenolphthalein neutralisiert werden. Um die rote Farbe des Indicators wegzunehmen, fügt man danach noch 1 Tropfen 2 n Salzsäure zu.

Potentiometrische Titration. Die ascorbinometrische Bestimmung von Eisen(III)-cyanid-Ionen läßt sich sehr gut mit potentiometrischer Endpunktsindication durchführen. Die Potentialwerte stellen sich während der Titration schnell ein und sind gut reproduzierbar. Das Verschwinden der ursprünglichen gelben Farbe der Lösung im Endpunkte kann mit dem Auge wahrgenommen werden. Der Maßlösungsverbrauch ist stöchiometrisch.

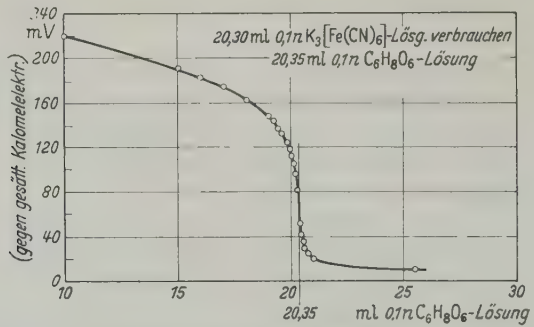


Abb. 2. Titrationskurve der potentiometrischen $K_3Fe(CN)_6$-Bestimmung mit Ascorbinsäurelösung

Die potentiometrische Bestimmung wird folgendermaßen ausgeführt: 20 ml der zu untersuchenden Lösung werden in ein kleines Becherglas pipettiert und mit 5 g Natriumacetat versetzt. Die Lösung wird unter Umrühren gegen eine Platinindicatorelektrode und eine gesättigte Kalomelvergleichselektrode mit 0,1 n Ascorbinsäuremaßlösung titriert. Diese kann anfänglich in Anteilen von 1—2 ml, später, wenn die Farbe der Lösung schwächer wird, in 0,1—0,2 ml-Raten zugesetzt werden. Da dem allmählichen Verschwinden der Farbe mit dem Auge gefolgt werden kann, liegt keine Gefahr einer Übertitration vor.

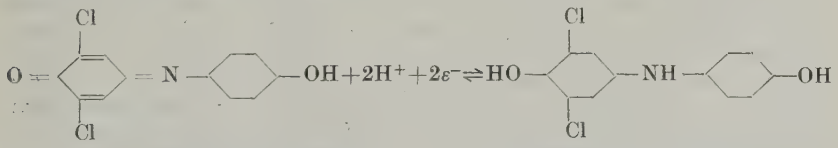
Abb. 2 stellt die Titrationskurve einer potentiometrischen Bestimmung dar. Man erkennt, daß der Potentialsprung, wie erwartet, 150 mV beträgt.

In 0,01 n Lösungen ist die Bestimmung auch durchführbar, das Verschwinden der Farbe ist aber in diesem Falle nicht mehr zu beobachten.

Visuelle Titration

Titration ohne Indicator. Wie oben erwähnt, verschwindet die schwach gelbe Farbe des Cyanoferrats(III) im Endpunkte. Dieser Farbumschlag ist ungefähr von solcher Intensität wie das Verschwinden der Jodfarbe bei einer ohne Indicator mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung ausgeführten Titration. Der Nachteil ist jedoch, daß die Lösung plötzlich, ohne vorher zu verblassen, farblos wird, weshalb man leicht übertitriert. In 0,1 n Lösung kann nach ungefähr 90%igem Zusatz der Maßlösung eine Farbschwächung beobachtet werden, besonders wenn man mit einer untitrierten Lösung vergleicht. Bei der Titration ohne Indicator muß man also mit besonderer Sorgfalt verfahren.

Titration mit dem 2,6-Dichlorphenolindophenol-Indicator. Das 2,6-Dichlorphenolindophenol wurde zuerst von Clark u. Mitarb. als Redoxindicator verwendet[4, 19]. Das Umschlagspotential des Indicators ist p_H-abhängig (Abb. 1, S. 408); bei p_H 6 liegt es bei annähernd + 0,3 Volt. Dieser Wert befindet sich zwischen den Redoxnormalpotentialwerten der Systeme Eisen(III)-cyanid-Eisen(II)-cyanid und Ascorbinsäure-Dehydroascorbinsäure. Die Redoxnormalpotentialwerte zeigen deutlich, daß das 2,6-Dichlorphenolindophenol nur bei ungefähr p_H 4,5 als Indicator zur Bestimmung benutzt werden kann. In oxydierendem Medium nimmt der Indicator eine blaue Farbe an, während in reduzierendem er infolge des Verlierens der chinoiden Struktur farblos wird:



2,6-Dichlorphenolindophenol (oxydierte Form) blau — 2,6-Dichlorphenoldihydroindophenol (reduzierte Form) farblos

Die Farbe der oxydierten Form hängt auch vom p_H-Wert ab. Die in neutraler Lösung blaue Farbe wird in saurem Medium rötlich violett. Der Säureexponent des Indicators beträgt nach Tomíček[27] $p_H = 5{,}7$. Als „Säure-Base-Indicator" schlägt das 2,6-Dichlorphenolindophenol folglich bei p_H 5,7 um. Dieser Umstand ist bei der ascorbinometrischen Eisen(III)-cyanidbestimmung sehr bequem, da man an der Änderung der Indicatorenfarbe feststellen kann, ob die Lösung während der Titration in unerwünschtem Maße sauer geworden ist. Die Titration kann zwar (bis p_H 4,7) auch neben dieser roten Farbe erfolgen, jedoch ist der Umschlag dann viel schlechter zu beobachten als in neutraler Lösung.

Das 2,6-Dichlorphenolindophenol wurde von uns in 0,1%iger Lösung benutzt. Die Verbindung ist in Wasser ziemlich gut löslich. Schlechtere Präparate können auch unlösliche Bestandteile enthalten. In diesem Falle verreibt man 0,10—0,12 g des Indicators in einem Porzellanmörser mit 100 ml Wasser und filtriert. Die wäßrige Lösung kann ungefähr drei Wochen hindurch aufbewahrt werden. Mit der Zeit scheiden sich unlösliche Teile aus, die die Endpunktswahrnahme erschweren. Zu einer Titration benützt man bis 200 ml Titrierendvolumen 1 ml, über dieser Menge 2 ml der Indicatorlösung.

Die Indicatorkonzentration ist, wie aus den Titrierergebnissen der Tab. 1 ersichtlich ist, ohne Einfluß auf die Bestimmung. Der Indicator kann auch in fester Form angewandt werden. Hierzu wird er mit feingepulvertem Natriumchlorid in einem Verhältnis von 1 : 500 gründlich vermischt. Zu einer Titration nimmt man davon eine Messerspitze voll (0,5 g).

Tabelle 1. *Angewandt 19,85 ml 9,1 n $K_3[Fe(CN)_6]$-Lösung*

0,1%ige Indicatorlösung ml	Verbrauch an 0,1 n Ascorbinsäurelösung ml	0,1%ige Indicatorlösung ml	Verbrauch an 0,1 n Ascorbinsäurelösung ml
0,2	19,84	3,0	19,85
0,5	19,82	5,0	19,82*
1,0	19,82	10,0	20,00*
2,0	19,85		

* Die Lösungen behalten eine bräunlichviolette Färbung.

Die ascorbinometrische Bestimmung von Eisen(III)-cyaniden gegen 2,6-Dichlorphenolindophenol als Indicator wird folgendermaßen durchgeführt: Die neutrale bzw. gegen Phenolphthalein neutralisierte Lösung wird auf je 100 ml Endvolumen mit 5 g kristallisiertem Natriumacetat und mit 1 ml 0,1%iger 2,6-Dichlorphenolindophenollösung (oder mit 0,5 g 1 : 500 festem Indicatorgemisch) versetzt und mit 0,1 n Ascorbinsäuremaßlösung titriert. Die ursprünglich grünlichgelbe Farbe der Lösung wird allmählich grünlichblau. In der Nähe des Endpunktes erscheint eine azurblaue Farbe, die dann im Endpunkte auf Einwirkung eines Tropfens der Maßlösung vollständig verschwindet. 1 ml 0,1 n Ascorbinsäuremaßlösung entspricht 21,196 mg $[Fe(CN)_6]^{3-}$ bzw. 32,925 mg $K_3[Fe(CN)_6]$.

Genauigkeit der Titration. Zwecks Feststellung der Genauigkeit wurden in Gegenwart von 2,6-Dichlorphenolindophenolindicator 12 parallele Titrationen mit 24,99 ml 0,1 n $K_3Fe(CN)_6$-Lösung ausgeführt. Der aus den Abweichungen der einzelnen Titrationen und des Mittelwertes berechnete mittlere Fehler der einzelnen Bestimmungen wurde zu 0,2%, der mittlere Fehler des Mittelwertes zu 0,05% gefunden. Die Abweichung zwischen dem Mittelwert der Messungen und dem theoretischen Wert betrug 0,1%.

Es ergaben sich folgende Verbrauche an 0,1 n Ascorbinsäurelösung: 24,97; 25,00; 24,96; 25,02; 24,99; 24,92; 24,98; 25,01; 24,98; 24,97; 25,00; 24,96 ml. Der Mittelwert betrug 24,97 ml 0,1 n Lösung.

Einfluß fremder Ionen. Die Bestimmung wird durch alle (in erster Linie Schwermetall-)Ionen gestört, die mit Cyanoferrat(III) einen Niederschlag bilden. Dieselben Ionen stören übrigens auch die jodometrische Methode. In deren Anwesenheit kann die ascorbinometrische Bestimmung nicht ausgeführt werden.

Aus der Reihe der Anionen beeinflussen Chlorid, Sulfat und Nitrat auch in zehnfachem Überschuß die Bestimmung nicht. Phosphate stören zwar in diesem Verhältnis auch noch nicht, doch ist der Indicatorumschlag schlechter wahrnehmbar, da die blaue Lösung nicht farblos sondern schmutzigbraun wird. Nitrite dürfen nicht anwesend sein, da sie das entstehende Eisen(II)-cyanid neuerdings oxydieren und demzufolge einen Überverbrauch verursachen. Der Nitriteinfluß kann beseitigt werden, indem zu der mit 5—10 ml 2 n Salzsäure angesäuerten Lösung 10 ml 10%ige Harnstofflösung zugefügt werden. Dabei schüttelt man stark, um das Entweichen des entstehenden Stickstoffes und somit den Ablauf der Reaktion zu beschleunigen. Nachdem man 15 min gewartet hat, neutralisiert man die Lösung und fährt weiter fort wie schon beschrieben. Cyanide stören die Titration; in ihrer Anwesenheit ist der Maßlösungsverbrauch 30—60% niedriger als berechnet.

Titerstellung der Ascorbinsäuremaßlösung. Die schnelle, einfache und genaue Bestimmungsmöglichkeit von Cyanoferrat(III) mit Ascorbinsäure, weiterhin die Reinheit und das hohe Äquivalentgewicht des kristallisierten $K_3Fe(CN)_6$ legen den Gedanken nahe, das $K_3Fe(CN)_6$ zur Titerstellung der Ascorbinsäuremaßlösungen zu verwenden. Diese Art der Titerstellung besitzt gegenüber den bisher empfohlenen Verfahren den Vorteil, daß man die Urtitersubstanz direkt einwägen, also die Fehler der Volumenmessung vermeiden kann.

Die Titerstellung einer 0,1 n Ascorbinsäuremaßlösung nimmt man folgendermaßen vor: Man wägt 0,6—0,7 g reinstes und bei 100° C getrocknetes Kaliumeisen(III)-cyanid ein, löst in wenig Wasser, versetzt mit 5 g krist. Natriumacetat und 1 ml 0,1%iger 2,6-Dichlorphenolindophenollösung (oder mit 0,5 g festem Indicatorgemisch) und titriert mit der einzustellenden Ascorbinsäurelösung bis zur Farblosigkeit der Lösung. Wurden B g eingewogen, die F ml Maßlösung verbrauchten, so erhält man den Faktor aus der Gleichung:

$$f = 1000 \cdot B/32{,}925\ F = 30{,}37205\ B/F.$$

Steht kein genügend reines $K_3Fe(CN)_6$-Präparat zur Verfügung, so kristallisiert man das Handelsprodukt um, indem man es in warmen Wasser löst, gegebenenfalls danach filtriert und dann mit Alkohol fällt. Die Wiederholung dieses Prozesses liefert eine zur Titerstellung geeignete Verbindung.

Ergebnisse einer Titerstellung von Ascorbinsäuremaßlösung sind in Tab. 2 dargestellt. Der Faktor derselben Lösung auf Kaliumhydrogenjodat eingestellt ergab sich zu 1,0117. Der mittlere Fehler der einzelnen Bestimmungen betrug 0,3%, der mittlere Fehler des Mittelwertes 0,1%, die Abweichung zwischen den mit Kaliumeisen(III)cyanid und mit Kaliumhydrogenjodat eingestellten Faktoren 0,1%.

Tabelle 2

	Einwaage g	Verbrauch ml	Faktor
1.	0,4368	13,20	1,0050
2.	0,6717	20,16	1,0119
3.	0,6370	19,20	1,0077
4.	0,6057	18,20	1,0108
5.	0,6547	19,68	1,0104
6.	0,6014	18,00	1,0148
7.	0,6014	18,00	1,0148
8.	0,6722	20,25	1,0082
9.	0,6349	19,02	1,0138
10.	0,5919	17,72	1,0145
11.	0,7914	22,28	1,0114
		Mittelwert der Faktoren	1,0106

Titration in 0,01 n Lösung. Einfluß der Verdünnung. Die $Fe(CN)_6^{3-}$-Bestimmung kann auch in 0,01 n Lösung auf die beschriebene Art erfolgen.

In 5 Parallelbestimmungen wurden für 24,99 ml 0,01 n $K_3Fe(CN)_6$-Lösung 25,12; 25,02; 24,97; 25,10; 25,08 ml 0,01 n Ascorbinsäurelösung, im Mittel also 25,06 ml verbraucht.

Die Genauigkeit ist demnach etwas geringer als in 0,1 n Lösung. Der mittlere Fehler beträgt 0,25%, der mittlere Fehler des Mittelwertes 0,1%, die Abweichung vom theoretischen Gehalt 0,3%.

Diese Ergebnisse deuten darauf dahin, daß in 0,1 n Lösungen die Ergebnisse von der Verdünnung der Titrierlösung unabhängig sind. Bei zu großem Titrierendvolumen muß mehr Natriumacetat und mehr Indicator benützt werden. Resultate einiger Bestimmungen von Lösungen sehr verschiedenen Endvolumens sind in Tab. 3 zusammengestellt.

Tabelle 3

	Endvolumen ml	Verbrauch an 0,1 n Ascorbinsäure ml	Bemerkungen
1.	45	19,79	
2.	70	19,78	
3.	110	19,80	
4.	170	19,79	10 g CH_3COONa
5.	350	19,80	10 g CH_3COONa + 2 ml Indicator

Bestimmung von Cyanoferrat(II)-Ionen. Wir fanden, daß Eisen(II)-cyanide mit Nitrit leicht zu Eisen(III)-cyaniden oxydierbar sind, die nach Zersetzung des überschüssigen Nitrits ascorbinometrisch bestimmt werden können. Versuche zur Feststellung der günstigsten Umstände der Reaktion und zur Erhöhung der Genauigkeit sind noch im Gange. Über das Ergebnis, sowie über die ascorbinometrische Bestimmung einiger weiterer Metalle wird in einer folgenden Mitteilung berichtet.

Zusammenfassung

Es wurde ein Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) mit Ascorbinsäuremaßlösung ausgearbeitet. Die Bestimmung ist einfacher und schneller auszuführen als die jodometrische Bestimmung. Der Endpunkt kann potentiometrisch, visuell ohne jeglichen Indicator, am bequemsten aber unter Anwendung von 2,6-Dichlorphenolindophenol als Indicator festgestellt werden. Die Genauigkeit des Verfahrens, der Einfluß der Fremd-Ionen, des p_H-Wertes und der Verdünnung wurden untersucht. Die Methode ist auch zur Titerstellung von Ascorbinsäuremaßlösungen zu empfehlen.

Literatur

[1] Ball, E.: J. biol. Chemistry **118**, 219 (1937); vgl. diese Z. **137**, 168 (1952/53). — [2] Becker, E., u. J. Di Gleria: Z. Vitaminforsch. **6**, 86 (1937); vgl. diese Z. **113**, 77 (1938). — [3] Borsook, H., H. W. Devenport, C. E. P. Jeffreys and R. C. Warner: J. biol. Chemistry **117**, 237 (1937). — [4] Clark, W. M., H. D. Gibbs and W. L. Hall: Studies on Oxidation-Reduction III Treas. Dept. U.S. Public Health Service, Washington 1928. — [5] Erdey, L., u. E. Bodor: Analyt. Chemistry **24**, 418 (1952); vgl. diese Z. **137**, 293 (1952/53). — [6] Erdey, L., u. E. Bodor: diese Z. **136**, 109 (1952). — [7] Erdey, L., u. E. Bodor: diese Z. **133**, 265 (1951). — [8] Erdey, L., u. E. Bodor: diese Z. **137**, 410 (1952/53). — [9] Erdey, L., E. Bodor u. H. Buzás: diese Z. **134**, 412 (1951/52). — [10] Erdey, L., E. Bodor u. H. Buzás: diese Z. **134**, 22 (1951/52). — [11] Erdey, L., E. Bodor u. H. Buzás: M. Tud. Akad. Kém. Tud. Oszt. Közl. **6**, 89 (1955). — [12] Erdey, L., E. Bodor u. H. Buzás: M. Tud. Akad. Kém. Tud. Oszt. Közl. **6**, 103 (1955). — [13] Erdey, L., E. Bodor u. M. Pápay: Acta chim. Acad. Sci. hung. **5**, 235 (1955); vgl. diese Z. **148**, 141 (1955). — [14] Erdey, L., u. H. Buzás: Acta chim. Acad. Sci. hung. **4**, 195 (1954); vgl. diese Z. **147**, 70 (1955). — [15] Erdey, L., u. H. Buzás: M. Tud. Akad. Kém. Tud. Oszt. Közl. **6**, 395 (1955). — [16] Erdey, L., u. G. Siposs: Veröffentlichung erfolgt demnächst. — [17] Erdey, L., u. F. Szabadváry: Acta chim. Acad. Sci. hung. **4**, 325 (1954); vgl. diese Z. **147**, 314 (1955). — [18] Fruton, J. S.: J. biol. Chemistry **105**, 79 (1934). — [19] Gibbs, H. D., B. Cohen u. R. K. Cannan: Studies on Oxidation-Reduction VII. Treas. Dept. U.S. Public Health Service, Washington 1928. — [20] Green, D. E.: Biochemic. J. **27**, 1044 (1933). — [21] Karrer, P., u. G. Schwarzenbach: Helv. chim. Acta **16**, 302 (1933). — [22] Karrer, P., u. G. Schwarzenbach: Helv. chim. Acta **17**, 58 (1934). — [23] Kolthoff, I. M.: Z. anorg. allg. Chem. **110**, 143 (1919). — [24] Laki, K.: Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **217**, 54 (1933). — [25] Mohr, F.: Liebigs Ann. Chem. **105**, 60 (1858). — [26] Percherer, B.: J. Amer. chem. Soc. **73**, 3827 (1951). — [27] Tomíček, O.: Chemical Indicators, S. 157. London (1951). — [28] Wurmser, R., u. I. A. Loureiro: J. Chim. physique **31**, 419 (1934).

Prof. Dr. L. Erdey, Budapest XI, Gellért-tér 4 (Ungarn)

Aus dem Institut für analytische Chemie der Montan-Hochschule in Ostrau (Tschechoslowakei)

Die Anwendung der Pyrogallolcarbonsäure als komplexometrischem Indicator

Von

Miloš Kovařík und Milan Moučka

(Eingegangen am 17. Januar 1956)

Pyrogallolcarbonsäure gibt nach Beobachtungen von C. Senhofer u. C. Brunner[2] eine charakteristische Reaktion mit Erdalkalien. Je nach der Konzentration der Erdalkalien entsteht nämlich eine blauviolette Färbung oder ein ebenso gefärbter Niederschlag. A. Okáč u. J. Pech[1] benutzten die Reaktion zum Nachweis der Erdalkalielemente und auch zur colorimetrischen Bestimmung des Calciums im Trinkwasser.

Die Empfindlichkeit und die Selektivität der Reaktion veranlaßten uns zu dem Versuch, die Pyrogallolcarbonsäure als Indicator bei komplexometrischen Bestimmungen zu verwenden. Wie erwartet waren die Ergebnisse günstig. Im folgenden soll über die direkte komplexometrische Bestimmung von Calcium sowie über die indirekte Bestimmung der Erdalkalien und einiger anderer Metalle berichtet werden.

Experimenteller Teil

Die Titrationen wurden mit genau 0,1 m Komplexon(III)-lösung (Siegfried, Zofingen) durchgeführt. Die Metallsalzlösungen wurden in annähernd 0,1 molarer Konzentration bereitet; die Faktoren wurden gravimetrisch bestimmt. Alle benutzten Chemikalien waren Erzeugnisse von Merck, pro analysi. Die Pyrogallolcarbonsäure stammte von dem Staatsbetrieb Lachema, Tschechoslowakei.

Direkte komplexometrische Bestimmung von Calcium

Bei der Titration der mit Pyrogallolcarbonsäure versetzten Lösung eines Calciumsalzes mit Komplexon(III)-lösung geht die Färbung allmählich von violettblau in violettrot über, gegen Ende der Titration wird die Farbe schwächer, im Äquivalenzpunkt vollzieht sich ein deutlicher Farbumschlag in Gelb, also in die Eigenfarbe des Indicators in alkalischer Lösung.

Wir führten die Calciumbestimmungen wie üblich bei etwa p_H 12 durch. Das Titrationsende galt als erreicht, wenn die violettrote Farbe der Lösung verschwunden war. Wie man aus Tab. 1 entnehmen kann, stimmen die Analysenergebnisse sowohl untereinander als auch mit den unter Verwendung des Murexidindicators gewonnenen Zahlen gut überein.

Tabelle 1. *Titration des Calcium mit Komplexon(III)-lösung*

Sollverbrauch an 0,1 m Komplexonlösung ml	Gefundener Verbrauch an 0,1 m Lösung mit dem Indicator	
	Pyrogallolcarbonsäure ml	Murexid ml
2,07	2,10	2,05
	2,10	2,10
	2,05	2,05
4,14	4,10	4,20
	4,10	4,15
	4,20	4,15
6,21	6,25	6,25
	6,20	6,25
	6,25	6,25
8,28	8,30	8,35
	8,35	8,35
	8,25	8,30
10,36	10,30	10,30
	10,35	10,30
	10,40	10,35

Weiter wurde die Möglichkeit der Bestimmung von Calcium neben Magnesium durch komplexometrische Titration mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator untersucht. Auch in diesem Fall sind die Ergebnisse sehr befriedigend. Magnesium stört selbst in fünffachem Überschuß die Calciumbestimmung nicht (Tab. 2).

Tabelle 2. *Bestimmung von Calcium neben Magnesium*

Nr.	Sollverbrauch an 0,1 m Komplexonlösung ml	Gefundener Verbrauch mit dem Indicator		Verhältnis Mg:Ca
		Pyrogallolcarbonsäure ml	Murexid ml	
1	2,07	2,05	2,05	5:1
		2,05	2,10	
		2,10	2,10	
2	4,14	4,15	4,15	3:1
		4,15	4,15	
		4,10	4,15	
3	6,21	6,20	6,25	3:1
		6,20	6,25	
		6,25	6,20	
4	8,28	8,20	8,30	2:1
		8,30	8,30	
		8,25	8,20	
5	10,36	10,40	10,40	1:1
		10,40	10,35	
		10,30	10,30	

Arbeitsvorschrift. Die Lösung des Calciumsalzes wird mit Alkalilauge auf mindestens p_H 12 eingestellt. Hierauf fügt man der Lösung $^1/_{10}$ ihres Volumens an gesättigter wäßriger Lösung des Indicators zu und titriert mit 0,1 m Komplexon(III)-lösung bis zum Verschwinden der violettroten Färbung.

Die Methode eignet sich zur *Bestimmung des Calciums im Trinkwasser*, wie die Ergebnisse einiger Titrationen zeigen, die in Tab. 3 zusammengestellt sind. Auch hier liefern Pyrogallolcarbonsäure und Murexid als Indicatoren übereinstimmende Resultate.

Tabelle 3. *Bestimmung von Calcium im Wasser*

Verbrauch an 0,1 m Komplexonlösung mit dem Indicator		Entsprechende Calciumhärte Deutsche Härtegrade	
Pyrogallol-carbonsäure ml	Murexid ml		
2,95	3,00	8,26	8,40
3,05	2,95	8,54	8,26
3,00	3,00	8,40	8,40

Arbeitsvorschrift. Zu 200 ml Wasser gibt man einige Kristalle Natriumsulfid (um die Schwermetalle auszufällen), bringt mit Alkalilauge auf p_H 12, fügt 20 ml einer gesättigten wäßrigen Lösung von Pyrogallolcarbonsäure zu und titriert mit 0,1 m Komplexon(III)-lösung.

Indirekte komplexometrische Titration der Erdalkalien

Während die direkte Titration des Calciums wie angegeben glatt durchzuführen ist, ergibt sich bei der Titration von Barium oder Strontium ein wenig deutlicher Farbumschlag der Pyrogallolcarbonsäure. Bei Strontium kann das Titrationsende durch Erhöhung der Konzentration der Pyrogallolcarbonsäure etwas besser erkennbar gemacht werden. Befriedigend ist es aber auch dann nicht.

Die Schwierigkeiten werden jedoch ganz behoben, wenn man der Erdalkalisalzlösung einen Komplexonüberschuß zufügt und den unverbrauchten Rest mit Standardlösung zurücktitriert. Zur Rücktitration eignen sich Barium-, Strontium- oder Calciumlösung gleich gut. Der Farbumschlag des Indicators von Gelb nach Violettrot erfolgt in jedem Falle deutlich und gut reproduzierbar. Da Bariumchlorid leicht rein und formelrichtig herzustellen ist, haben wir zur Rücktitration stets 0,1 m $BaCl_2$-Lösungen benutzt.

In Tab. 4 sind die Ergebnisse einer Anzahl von indirekten Ca-, Sr- und Ba-Bestimmungen zusammengestellt. Tab. 5 enthält Titrationsergebnisse magnesiumsalzhaltiger Lösungen. Die Resultate stimmen in allen Fällen sehr befriedigend überein.

Arbeitsvorschrift. Man gibt zu den Lösungen der Erdalkalien einen abgemessenen Überschuß an 0,1 m Komplexon(III)-lösung, bringt mit Alkalilauge auf p_H 12, fügt $^1/_{10}$ des Flüssigkeitsvolumens an gesättigter wäßriger Indicatorlösung zu und titriert mit 0,1 m Bariumchloridlösung bis zum Farbumschlag des Indicators.

Indirekte komplexometrische Metallbestimmungen

Im Anschluß an die Bestimmungen der Erdalkalimetalle haben wir den Versuch gemacht, eine Reihe von weiteren Metallen, nämlich Blei,

Tabelle 4. *Bestimmung von Calcium, Barium und Strontium durch indirekte Titration*

Zu bestimmendes Metall-Ion	0,1 m Komplexonlösung	
	Sollverbrauch ml	tatsächlicher Verbrauch ml
Calcium	5,72	5,70; 5,70; 5,70
	7,78	7,75; 7,75; 7,80
	9,44	9,40; 9,35; 9,40
	11,46	11,55; 11,50; 11,45
	13,50	13,50; 13,50; 13,55
Strontium	5,67	5,65; 5,70; 5,65
	7,73	7,75; 7,70; 7,70
	9,30	9,25; 9,30; 9,25
	11,36	11,35; 11,35; 11,40
	13,40	13,45; 13,40; 13,40
Barium	5,80	5,85; 5,85; 5,80
	7,78	7,75; 7,75; 7,75
	9,60	9,55; 9,65; 9,55
	11,60	11,60; 11,60; 11,60
	13,60	13,65; 13,65; 13,65

Tabelle 5. *Die Bestimmung von Erdalkalien in Gegenwart von Magnesium*

Zu bestimmendes Metall-Ion	0,1 m Komplexonlösung		Verhältnis Mg:Me
	Sollverbrauch ml	tatsächlicher Verbrauch ml	
Calcium	7,78	7,80	1:1
		7,80	1:2
		7,80	1:3
	9,44	9,50	1:1
		9,50	1:2
		9,45	1:3
Strontium	9,01	9,00	1:1
		9,05	1:2
		8,95	1:3
	18,49	18,40	1:1
		18,45	1:2
		18,50	1:3
Barium	7,78	7,80	1:1
		7,80	1:2
		7,80	1:3
	9,60	9,60	1:1
		9,60	1:2
		9,65	1:3

Cadmium, Aluminium und Zink durch Zugabe eines Überschusses an Komplexon(III)-lösung und Rücktitration mit 0,1 m $BaCl_2$-Lösung unter Verwendung des Pyrogallolcarbonsäure-Indicators zu bestimmen. Tab. 6 (S. 420) enthält die Ergebnisse. Sie stimmen durchweg mit den theoretischen Werten gut überein und sind sehr befriedigend reproduzierbar. Man

kann das Verfahren demnach für alle Metalle benutzen, die in alkalischer Lösung stabile und farblose Komplexonate geben. Die Analysen werden in der gleichen Art durchgeführt wie die Bestimmungen der Erdalkalimetalle.

Tabelle 6

Zu bestimmendes Metall-Ion	0,1 m Komplexonlösung	
	Sollverbrauch ml	tatsächlicher Verbrauch ml
Blei	2,10	2,10; 2,15
	4,20	4,15; 4,15
	8,40	8,45; 8,35
Cadmium	4,15	4,10; 4,10
	8,30	8,25; 8,30
	10,37	10,40; 10,40
Aluminium	6,40	6,45; 6,45
	8,60	8,60; 8,55
	12,80	12,80; 12,80
Zink	4,14	4,10; 4,10
	6,21	6,30; 6,25
	8,28	8,25; 8,25

Zusammenfassung

Pyrogallolcarbonsäure kann mit Vorteil als Indicator bei der direkten Titration von Calciumsalzlösungen mit 0,1 m Komplexon(III)-lösung benutzt werden. Es ergibt sich ein scharfer Farbumschlag von Violettrot nach Gelb; die Titrationsergebnisse stimmen auch in Anwesenheit von Magnesiumsalz sowohl untereinander als auch mit den Sollwerten sehr befriedigend überein.

Die direkte Titration von Barium- oder Strontium-Ionen ist wegen des in diesen Fällen undeutlichen Farbumschlages nicht zu empfehlen. Dagegen sind beide Metall-Ionen (und auch Ca-Ion) gut zu bestimmen, wenn man mit einem gemessenen Komplexonüberschuß versetzt und den unverbrauchten Rest mit 0,1 m Bariumchloridlösung zurücktitriert. Der Farbumschlag des Pyrogallolcarbonsäure-Indicators von Gelb nach Violettrot ist scharf.

Das gleiche indirekte Bestimmungsverfahren (Rücktitration mit 0,1 m $BaCl_2$-Lösung) eignet sich auch zur Bestimmung von Blei-, Cadmium-, Aluminium- und Zink-Ionen.

Literatur

[1] Okáč, A., u. J. Pech: Chem. Listy **42**, 161 (1948). — [2] Senhofer, C., u. C. Brunner: Mh. Chem. (Leipzig) **1**, 468 (1880).

Miloš Kovařík, Ostrava, Českobratrská 22 (Tschechoslowakei)

Aus der Untersuchungsanstalt für Städtehygiene im Hygienischen Institut der Freien und Hansestadt Hamburg

Eisen(III)-rhodanidpapier als analytisches Reagens bei Luftuntersuchungen

Von

WALTER DECKERT

(Eingegangen am 25. Januar 1956)

1. Das Verhalten von Eisen(III)-rhodanid gegenüber OH-Ionen

Die weit verbreitete Verwendung von Eisen(III)-rhodanid in der analytischen Chemie, teils als Indicator in der Maßanalyse, teils als färbendes Agens bei der colorimetrischen Eisenbestimmung, ist bekannt. Im folgenden soll gezeigt werden, daß Eisen(III)-rhodanid in der Form eines damit imprägnierten und durch die Herstellungsart vor Zerfall geschützten Reagenspapiers ein geeignetes Spurenreagens für alkalisch oder sauer reagierende Bestandteile verunreinigter Luft darstellt. Es eignet sich sogar für recht genaue quantitative Mikrobestimmungen derartiger Luftbestandteile; z. B. können auf diesem Wege die Gehalte von Alkylaminen in den Exhalationen und Fabrikräumen der fischverarbeitenden Industrie in einfachster Weise bestimmt werden.

Bereits K. JELLINEK u. P. KREBS[1] zeigten, daß man Eisen(III)-rhodanid als Indicator nicht nur in der Rhodanometrie, sondern auch in der Alkalimetrie verwenden könne. Sie titrierten Säure, der ein Eisen(III)-salz und ein Alkalirhodanid zugesetzt war, mit Natronlauge und erhielten einen scharfen Umschlagspunkt von rot nach farblos. Auch die umgekehrte Titration von Lauge mit Säure bei Zusatz von Eisen(III)-rhodanid als Indicator ist möglich, doch braucht der Umschlag von farblos nach rot einige Sekunden, so daß man leicht übertitriert. Es ist in diesem Falle besser, einen Überschuß an Säure zuzusetzen und mit Lauge zurückzutitrieren. Allerdings sind die so erhaltenen Werte nur dann brauchbar, wenn Eisen(III)-salz in der geringstmöglichen Menge zugesetzt wird, d. h. in einer Menge, die noch eben ausreicht, die Säure hinreichend rot zu färben. Wählt man um eines kräftigeren Farbtons willen einen höheren Eisen(III)-salzzusatz, so fallen die erhaltenen Werte stets zu hoch aus. JELLINEK u. KREBS erkannten, daß das Mehr an Alkaliverbrauch der zugesetzten Eisen(III)-salzmenge äquivalent ist. Dieser Nachteil ist wohl auch die Ursache, daß niemand der JELLINEKschen Arbeit fürderhin Aufmerksamkeit schenkte.

Durch Pufferung selbst stark verdünnter Eisen(III)-rhodanidlösungen mit einem großen Überschuß von Alkalirhodanid erhält man tiefdunkelrot

gefärbte Lösungen, die wochenlang stabil bleiben. Auch Reagenspapierstreifen, die in eine solche Lösung getaucht und bei Zimmertemperatur getrocknet werden, sind tiefdunkelrot gefärbt und halten sich wochenlang unverändert, wenn sie in einer nicht basisch reagierenden Atmosphäre aufbewahrt werden. Befinden sich jedoch OH-Ionen abspaltende Stoffe in der Luft, so tritt je nach ihrer Menge eine langsame, schnelle oder gar momentane Entfärbung der Reagenspapierstreifen ein. Die Eisen(III)-rhodanid-Papierstreifen (ER-Papier) brauchen nicht angefeuchtet zu werden. Die geringe Hygroskopicität des Rhodanidpuffers reicht für die Reaktion vollkommen aus. Ein Benetzen der Streifen, das bei anderen Reagenspapieren meist notwendig ist, wirkt bei dem ER-Papier geradezu schädlich, weil die Pufferwirkung des Alkalirhodanids an den benetzten Stellen zum Teil verloren geht und damit der Hydrolysierung des Eisen(III)-rhodanids Vorschub geleistet wird.

2. Die Herstellung von Eisen(III)-rhodanidpapier (ER-Papier)

Zur Herstellung von ER-Papierstreifen empfiehlt sich die Verwendung von starken, gut saugenden Papiersorten. Bewährt hat sich Chromatographierpapier (Marke Schleicher & Schüll, Nr. 2043 bM). Die Breite und Länge der Papierstreifen richtet sich nach dem Verwendungszweck. Will man die Streifen in dem zu prüfenden Raum aufhängen, und aus der Dauer des Entfärbungsprozesses auf die vorhandene Konzentration basischer Bestandteile Rückschlüsse ziehen, empfehlen sich Papierstreifen von 1 cm Breite und 6—8 cm Länge. Eine andere Möglichkeit, die Konzentration zu schätzen, ist die, daß man eine gemessene Luftmenge in konstantem, verhältnismäßig langsamem Tempo durch ein enges Rohr (3 mm lichte Weite) saugt, in dem ein 2 mm breiter und 1—3 cm langer ER-Papierstreifen untergebracht ist. Ist das Tempo nicht schneller als 1 Liter in 10 min, tritt die Entfärbung zunächst an der Stirnseite des Streifens auf und schreitet dann langsam mit scharfer Abgrenzung gegenüber dem dunkelroten Teil des Papiers vorwärts. Eine Übergangszone zwischen farblos und dunkelrot ergibt sich nur bei zu schnellem Durchleiten. Aber auch dann kann die Länge des entfärbten Streifens ziemlich genau gemessen werden. Diese Länge bezogen auf die durchgeleitete Luftmenge ergibt die vorhandene Konzentration an OH-Ionen abspaltenden Stoffen. Man kann sich solche Röhrchen in größerer Menge herstellen und beiderseitig luftdicht abschließen, um sie dann an Ort und Stelle zu verwenden. Die Röhrchen müssen aus Jenaer Glas hergestellt sein, da gewöhnliches Glas leicht Alkali abgibt. Auch bei Jenaer Glas ist es zweckmäßig, die zugeschnittenen Röhrchen kurz in Salzsäure zu tauchen und dann bis zur völligen Entfernung der Salzsäure im Trockenschrank zu trocknen. Ein Verschmelzen der Röhrchen nach dem Hineinbringen des ER-Papierstreifens ist nicht ratsam, da das Papier Erhitzung über 50° C nicht verträgt.

Zur Imprägnierung der Papierstreifen mit Eisen(III)-rhodanid werden zwei Lösungen hergestellt: a) eine 40%ige Kaliumrhodanidlösung und b) eine 10%ige Lösung von Eisen(III)-ammoniumsulfat (p. a.). 96 ml von a) werden mit 4 ml von b) vermischt, so daß eine tiefdunkelrote, fast schwarze Lösung des durch Kaliumrhodanidüberschuß gepufferten Eisen(III)-rhodanids entsteht. In diese Lösung taucht man die vorbereiteten Papierstreifen unter Verwendung einer sauberen Pinzette 1—2 sec lang so ein, daß der obere Teil der Streifen nicht mit durchtränkt wird. Ein längeres Verweilen der Streifen in der Reagenslösung ist nicht nötig. Die Streifen werden dann an dem nicht imprägnierten Ende mittels einer Klammer

(Wäscheklammer) an einem horizontal gespannten Draht aufgehängt, so daß sie abtropfen und trocknen können. Die letzten Tropfen am unteren Ende der Streifen werden mit einem Stückchen Filterpapier weggenommen. Natürlich muß das Trocknen in reiner Luft erfolgen, die vor allem keine Spuren von Ammoniak enthält. Auch soll die Raumluft nicht zu trocken sein und die Temperatur tunlichst nicht über 20° C liegen, damit das Papier nicht durch auskristallisiertes Kaliumrhodanid zu steif wird. Die ER-Papierstreifen sollen gerade so trocken sein, daß zwei übereinander gelegte Streifen nicht mehr aneinander haften. Man entfernt den unteren Teil der Streifen, an dem die Tropfen fortgenommen wurden, schneidet den Rest in die gewünschten Längen und bewahrt die Streifen in mit Salzsäure ausgedämpften und getrockneten, verschlossenen Pulverfläschchen auf. Das so hergestellte ER-Papier ist sehr gleichmäßig mit Eisen(III)-rhodanid imprägniert. Mit 1 ml der Standardlösung (≙ 0,4 mg Fe) können etwa 50 cm² des Papiers imprägniert werden. Der angegebene Eisengehalt ist in dem Papier sehr gleichmäßig verteilt, wie wiederholte Nachprüfungen bestätigten, bei denen man die Papierstreifen mit starker Salzsäure eluierte und das Eisen im Eluat colorimetrisch bestimmte.

3. Die Eignung von ER-Papier für die Bestimmung von OH-Ionen abspaltenden Bestandteilen in Luft

1 Mol Fe^{III} ist äquivalent 3 Mol NH_3. Das bedeutet, daß 0,365 mg NH_3 theoretisch 50 cm² des ER-Papieres entfärben können. Wird bei langsamem Durchleiten durch ein 3 mm enges Röhrchen, das einen 2 mm breiten Streifen ER-Papier enthält, eben gerade die Stirnseite des dunkelroten Papieres entfärbt, was bei dem scharfen Farbkontrast zwischen dunkelrotbraun und weiß ohne jede Schwierigkeit wahrgenommen wird, dann ist etwa 1 mm² des Papiers, also der 5000. Teil von 50 cm², entfärbt. Diese Entfärbung ist demnach von $\frac{0{,}365}{5000}$ mg NH_3 (falls nur Ammoniak in Frage kommt) = 0,073 μg NH_3 bewirkt worden. Befindet sich diese Menge in 1 Liter Luft, die das Röhrchen passiert, so ergibt sich eine Konzentration von 0,073 mg NH_3 in 1 m³, eine Menge, die geruchlich nicht mehr wahrgenommen wird und die etwa den tausendsten Teil der zulässigen MAK (*M*aximalen *A*rbeitsplatz-*K*onzentration) darstellt.

Bei Vorliegen von anderen OH-Ionen abspaltenden Stoffen, etwa flüchtigen Alkylaminen oder Äthylenoxyd, reagiert das ER-Papier ebenso. Die Rechnung ergibt, daß zur Entfärbung von 1 mm² ER-Papier in diesen Fällen folgende Stoffmengen notwendig sind: 0,132 μg Monomethylamin, 0,192 μg Dimethylamin, 0,252 μg Trimethylamin, 0,188 μg Äthylenoxyd.

Zur Prüfung, ob die theoretisch errechnete Empfindlichkeit auch den praktischen Verhältnissen entspricht, verfuhr man folgendermaßen: Durch ein trockenes Reagensrohr, auf dessen Boden sich eine Linse Natriumhydroxyd befand, wurde 1 Liter mit verdünnter Schwefelsäure gewaschener Luft langsam (in 10 min) durchgesaugt und durch ein ER-Papier-Röhrchen geleitet. Zeigte das Papier an der Stirnseite keine Spur einer Aufhellung nach dieser Zeit, wurde — ohne die Absaugung zu unterbrechen — 0,5 ml einer stark verdünnten Ammoniumchlorid-

lösung bestimmten Gehalts schnell in das Reagensrohr pipettiert und nun solange Luft durchgeleitet, bis die langsam fortschreitende Entfärbung des Reagenspapiers zum Stillstand kam. Dann wurde das Reagensglas 1 min in siedendes Wasser gestellt, wobei die Entfärbung des ER-Papiers noch ein wenig zunahm. Die entfärbten Flächen stimmten mit den berechneten Zahlen praktisch überein. Diese Versuche wurden nicht nur mit Ammoniak, sondern auch mit Mono-, Di- und Trimethylamin durchgeführt. Das Ergebnis zeigte in allen Fällen, daß bei Innehaltung einer konstanten Absaugegeschwindigkeit stets übereinstimmende Werte erhalten werden. Damit ist die Brauchbarkeit der beschriebenen Methode für die quantitative Bestimmung sehr kleiner Mengen OH-Ionen abspaltender Stoffe in Luft bewiesen.

Die hier beschriebene Ausführungsform der Bestimmung mittels schmaler imprägnierter Papierstreifen ist willkürlich gewählt. Die Ausführungsform läßt sich variieren. Schlecht anwendbar ist jedoch die Farbfleck-Methode, die sich in der Papierchromatographie gut bewährt hat, weil die Farbübergänge von dunkelrotbraun nach farblos nicht so exakt ausgewertet werden können, wie die Länge des völlig entfärbten schmalen Papierstreifens. — Es ist anzunehmen, daß die Eisen(III)-rhodanidreaktion auch durch Niederschlagung des Ferrirhodanids auf Kieselgelröhrchen nach Art der Drägerröhrchen ausgeführt werden kann. Versuche in dieser Richtung wurden angestellt, jedoch erwies sich das benutzte Kieselgel von so ungleichmäßigem Absorptionsvermögen, daß aus der Länge der entfärbten Zone keine zuverlässigen quantitativen Schlüsse gezogen werden konnten.

4. Die praktische Anwendung des ER-Papiers bei Luftuntersuchungen

Die Entwicklung des ER-Papiers ergab sich aus dem Fehlen eines einfachen Tests zur Erfassung der flüchtigen Amine in den Exhalationen und in der Raumluft von Fischmehlfabriken. Bekanntlich sind die üblen Gerüche der Fischmehlwerke, wenn auch nicht ausschließlich, so doch vorwiegend auf die flüchtigen Alkylamine zurückzuführen. Es konnte festgestellt werden, daß die subjektiven Geruchsschätzungen weitgehend mit dem objektiven Reagenspapierbefund übereinstimmten.

Durch die quantitative Auswertung der Papierbefunde konnte fernerhin überzeugend dargelegt werden, daß in einem größeren Werk der Fischindustrie die Umgebungsgerüche keineswegs nur auf ungenügend desodorierte Wrasen der Abgasführung der Trockner zurückgingen, sondern daß bis zu 30% der Geruchsstoffe, die in die Atmosphäre übertraten, von der Abgasführung überhaupt nicht erfaßt wurden.

Besonders wertvoll war das ER-Papier bei der Kontrolle der Wirksamkeit bzw. Unwirksamkeit von Maßnahmen zur Behebung der Geruchsplage. Näheres über die Rolle, welche die hier beschriebene Methode

bei der Geruchssanierung einer Fischmehlfabrik gespielt hat, soll an anderer Stelle im Zusammenhang mit den dabei ergriffenen Maßnahmen berichtet werden.

Anschließend sei nur noch erwähnt, daß entfärbtes ER-Papier sich auch zum Nachweis von sauren Gasen und Dämpfen, eignet. Wird das dunkelrote ER-Papier durch Exponierung in Ammoniakdämpfen entfärbt und anschließend durch hinreichende Belüftung in einer reinen Atmosphäre von allen anhaftenden Ammoniakspuren befreit, bleibt das Papier bei entsprechender Aufbewahrung einige Tage farblos. Es fängt aber sofort an, sich zu röten, sobald auch nur geringste Spuren von H-Ionen abspaltenden Stoffen in der Luft sind.

Mit so entfärbtem ER-Papier konnte z. B. bewiesen werden, daß in einem Hause eine Anobiensanierung mit einem heute nicht mehr angewandten chlorierten Produkt durchgeführt worden war. Obwohl die Behandlung schon mehrere Monate zurück lag, klagten die Bewohner des Hauses doch immer noch über Reizwirkungen an den Schleimhäuten von Rachen, Nase und Augen. Von keinem Gutachter konnte indessen, selbst bei längerem Aufenthalt in der betreffenden Wohnung, die geschilderte Reizwirkung bestätigt werden. Dagegen zeigte das entfärbte ER-Papier schon nach relativ kurzer Zeit eine Rötung, die hinter dem Paneel des Zimmers, dessen tragendes Gebälk besonders intensiv behandelt worden war, am kräftigsten in Erscheinung trat.

Zusammenfassung

Mit Hilfe von Reagenspapierstreifen, die mit Eisen(III)-rhodanid imprägniert sind, lassen sich alle in der Luft gelegentlich vorkommenden, alkalisch reagierenden Gase oder Dämpfe (Ammoniak, Amine, Äthylenoxyd) nachweisen. Das dunkelrotbraune Reagenspapier wird hierbei entfärbt. Das Ausmaß der Entfärbung folgt stöchiometrischen Gesetzen. Der Grad der Entfärbung läßt sich daher quantitativ auswerten. Eine untere und obere Nachweisgrenze gibt es bei diesem Verfahren theoretisch überhaupt nicht. Bei der vorgeschlagenen Ausführungsmethode, die eine Absaugung von Luftmengen bis zu 1 Liter vorsieht, liegt die untere Nachweisgrenze — in Anhängigkeit von dem Molekulargewicht des gefundenen Stoffes — z. B. bei 0,07 μg NH_3 je Liter Luft ($= 0{,}07$ mg/m³) oder bei 0,25 μg Trimethylamin/l Liter ($= 0{,}25$ mg/m³). Die praktische Begrenzung nach oben liegt dort, wo sich andere bekannte Bestimmungsmethoden mit höherem Genauigkeitsgrad anbieten.

Die Herstellung eines in reiner Luft auch bei Licht und Zimmertemperatur längere Zeit haltbaren Reagenspapiers wird beschrieben. Die praktische Anwendbarkeit des ER-Papiers liegt vor allem bei Luftuntersuchungen im Zusammenhang mit den Exhalationen und Emanationen von Fischmehlfabriken.

Literatur

[1] Jellinek, K., u. P. Krebs: Z. anorg. allg. Chem. **130**, 273 (1923); vgl. diese Z. **63**, 460 (1923).

Prof. Dr. W. Deckert, Hamburg 36, Gorch-Fock-Wall 15/17

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagentien

Chromatographie. R. E. RICKETTS[1] berichtet über einen *Tropfenzähler* wechselnder Kapazität, mit welchem 1—5 ml-Fraktionen (± 1%) automatisch gesammelt werden können. Eine beigefügte Schaltskizze zeigt das angewandte Schema. HILDEGARD TELSCHOW

Einen zweckmäßigen Fraktionssammler beschreiben E. SCHRAM und E. J. BIGWOOD[2]. Als Vorzüge werden seine einfache, billige Konstruktion und die Präzision des Funktionierens — auch bei schlecht leitenden Lösungsmitteln, wie Aceton oder Alkohol — hervorgehoben, wodurch sich das Gerät besonders auch für kleinere Lösungsmengen und eine quantitative Anwendung eignet. Die Auffangvorrichtung besteht aus dem in Abb. 1 wiedergegebenen Heberteil. Er enthält 2 Platindrähte als Kontakte, den einen verschiebbar im oberen (isolierenden) Stopfen, den zweiten bei 4 durchgeschmolzen, wie aus der Abbildung ersichtlich. Die innere Weite beträgt im Rohrteil 1 etwa 5 mm und geht bei 2 allmählich in einen Durchmesser von 2 mm über. Die Entleerung des Siphons erfolgt, wenn die Fraktion die höchste Stelle bei 3 erreicht hat; der Platindraht ist, wie in der Abbildung gezeichnet, so einzustellen, daß erst kurze Zeit vorher ein Röhrchenwechsel erfolgt, so daß für die jeweils angesammelte Flüssigkeit genügend Zeit verbleibt, restlos auszufließen. Die Drehvorrichtung, welche die Auffangröhrchen dreht, und die zugehörigen schalttechnischen Einzelheiten sind im Original abgebildet und beschrieben. Über kleinere schalt- und strommäßige Verbesserungen speziell für das Arbeiten mit hoch leitfähigen Waschmitteln haben die Verff. kürzlich[3] berichtet. R. KLOCKMANN

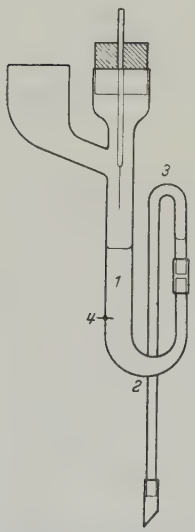


Abb. 1. Heberteil des Fraktionssammlers nach SCHRAM und BIGWOOD

W. C. LISTER[4] schlägt einen *automatischen Fraktionensammler für chromatographische Zwecke und für Ionenaustauschverfahren vor.* Das Gerät (Hersteller: National Institute for Medical Research, USA) trägt ein kreisförmiges Drehgestell, in das in spiralförmiger Anordnung 100 Sammelröhrchen eingesetzt werden können, und das von einem Elektromotor angetrieben wird. Der Motor wird von einem Relais gesteuert, das auf elektrische Signale anspricht. Die Auslösung erfolgt gewöhnlich durch einen Heber an einem Waagebalken, der einen Quecksilberschalter trägt,

[1] Analyst (London) **80**, 213—214 (1955). Univ. Bristol (England).
[2] Analyt. Chemistry **25**, 1424 (1953). Univ. Brüssel (Belgien).
[3] Analyt. Chemistry **26**, 1857 (1954); vgl. diese Z. **148**, 124 (1955).
[4] Chem. and Ind. **1955**, 583—586. Nat. Inst. Medic. Res., Mill Hill, London.

aber auch durch einen Zeitnehmer oder einen Tropfenzähler. Der ganze Mechanismus des Instruments ist geschützt in einem geschlossenen Kasten untergebracht, der den Fuß des Gerätes bildet. Die mechanischen und elektrischen Einrichtungen sind abgebildet und genau beschrieben. H. Sperlich

Zum Acetylieren von Chromatographierpapier ist nach J. W. H. Zijp[1] die von E. Ott[2] angegebene Methode zu empfehlen, weil bei dieser das Papier seine Struktur behält. — *Ausführung.* 15 Streifen Whatman-Papier Nr. 1 (14×56 cm) werden in einem weithalsigen 2 l-Gefäß mit Eisessig übergossen. Nach 4 Std wird die Säure so vollständig als möglich abgegossen. Man gießt nun das Acetylierungsgemisch zu, das aus 350 ml Essigsäureanhydrid, 435 ml Eisessig, 1000 ml Toluol und 0,8 ml 70%iger Perchlorsäure besteht und auf 10° C abgekühlt ist. Unter zeitweiligem vorsichtigem Schütteln und weiterer Kühlung sorgt man dafür, daß die Temperatur während der ersten 3 Std nicht über 20° C steigt. Am folgenden Tag gießt man die Flüssigkeit ab, wäscht das Papier zweimal mit Wasser, nimmt es vorsichtig aus dem Gefäß, wäscht dann 4 Std im fließenden Wasser und trocknet erst an der Luft und schließlich 10 min im Trockenschrank bei 100° C. — Das Papier ist hydrophob. Es hat eine Verseifungszahl von 570 (für Cellulosetriacetat berechnet sich die Verseifungszahl zu 583)[3]. A. Kurtenacker

E. M. Buras jr. und S. R. Hobart[4] empfehlen eine teilweise *Acetylierung von Chromatographierpapier* nach folgendem Verfahren, das eine Modifikation der Arbeitsweise von A. S. Cooper, S. J. Voorhies, E. M. Buras jr. und C. F. Goldthwait[5] ist. Das zylindrisch gerollte Papier wird zunächst über Nacht in Eisessig, der 5% Essigsäureanhydrid enthält, gestellt und dann in die Acetylierungslösung, die aus 4 Teilen technischem Amylacetat mit 22,5 Vol-% Essigsäureanhydridgehalt und 0,5 Teilen Eisessig mit 1,8% Überchlorsäuregehalt besteht. Die Lösung wird bei 28—29° C 2½ Std in der im Original abgebildeten Apparatur durch das Papier umgepumpt. Anschließend wird mit kaltem Wasser gewaschen, bis der Geruch nach Amylacetat verschwunden ist, dann noch zweimal mit Methanol und zweimal mit heißem Wasser. Nach dem Trocknen bei Zimmertemperatur betrug der Acetylgehalt bei den Filtern Sch. & Sch. Nr. 602 ED und Whatman Nr. 1 etwa 26%. G. Denk

Die papierchromatographische Trennung von Fe^{III}, Cu^{II}, Ni^{II}, Co^{II} und Mn^{II} als Chelaten von 2-Thenoyltrifluoraceton wurde von E. W. Berg und R. T. McIntyre[6] in Fortführung einer früheren Arbeit[7] untersucht, um die Beziehungen zwischen den R_f-Werten der Chelate und verschiedenen Faktoren, wie Art des Adsorptionsmittels (reines bzw. mit NaCl, Al_2O_3, Kieselsäure oder Stärke imprägniertes Papier), Löslichkeit der Chelate, sowie deren Gesamtpolarisation und Polarisierbarkeit festzustellen. Dabei zeigte sich, daß die Reihenfolge der R_f-Werte (d. h. die Adsorptionsreihenfolge der Chelate) nicht durch die Wirkung eines einzelnen Faktors

[1] Chem. Weekbl. **1955**, 547—548 [Holländisch]. Rubberinst. T. N. O.

[2] Ott, E.: Cellulose and Cellulosederivatives, Interscience Publishers Inc., 2e dr., p. 682. New York 1944.

[3] Weitere Acetylierungsvorschriften (nach H. S. Burton, sowie F. Micheel und H. Schweppe) vgl. diese Z. **146**, 53, 448 (1955).

[4] Analyt. Chemistry **27**, 1507—1508 (1955). South. Region. Res. Lab., New Orleans, La. (USA).

[5] Textile Inds. **116**, 97, 194 (1952).

[6] Analyt. Chemistry **27**, 195—198 (1955). Univ. Baton Rouge, La. (USA).

[7] Berg, E. W., and R. T. McIntrye: Analyt. Chemistry **26**, 813 (1954); vgl. diese Z. **145**, 287 (1955).

erklärt werden kann, sondern daß man dabei Löslichkeit, Polarisation und Polarisierbarkeit berücksichtigen muß. Im allgemeinen gilt: je größer die Polarisierbarkeit oder die Polarisation eines Teilchens, desto stärker die Adsorption, d. h. desto kleiner der R_f-Wert. So besitzt z. B. das Mn^{II}-Chelat eine relativ hohe Löslichkeit und trotzdem einen kleinen R_f-Wert, da seine Polarisation und Polarisierbarkeit groß sind. Anders ist es beim Eisen(III)-chelat, das trotz großer Polarisation und der größten Polarisierbarkeit der Gruppe einen großen R_f-Wert aufweist; die Ursache hierfür ist wahrscheinlich die sehr hohe Löslichkeit, die das 5—6fache von der jeden anderen Chelates dieser Gruppe beträgt. — Nähere Einzelheiten möge man dem Original entnehmen. F. Schärtl

Die Eignung der beiden β-Diketone 2-Thenoylperfluorobutyrylmethan (I) und 2-Furoylperfluorobutyrylmethan (II) zur papierchromatographischen Trennung von Metallen wird von E. W. Berg und J. E. Strassner[1] im Anschluß an frühere Arbeiten[2] untersucht. 0,1 g der Metallchelate, die erhalten wurden durch Fällen der wäßrigen Lösung der Metalle bei p_H 7 mit einer 10%igen Lösung des Diketons, wurden in 10 ml Alkohol gelöst und in einer Mischung aus Petroläther und Methanol chromatographiert. Der Chelatkomplex von Eisen(III) erscheint gelb, Kobalt, Nickel und Kupfer geben nach dem Besprühen mit einer alkoholischen Lösung von Dithiooxamid (Rubeanwasserstoff) gelbe, blaue bzw. grauschwarze Flecken, Mangan(II) schließlich wird durch Besprühen mit 0,05 m Natronlauge und Benzidin (0,05 g Benzidin + 10 ml Eisessig in 100 ml) grün. Da Dithiooxamid und Benzidin sich stören, muß die Prüfung mit diesen Reagentien auf zwei getrennten Streifen ausgeführt werden. Die R_f-Werte betragen in einer Lösung aus 92% Petroläther, der mit Na_2SO_4 getrocknet sein muß, und 8% Methanol für (I) als Chelatkomponente, bei Fe^{III} 0,82; Cu 0,77; Ni 0,51; Co 0,47 und Mn 0,35. Mit (II) wurden in einer Lösung aus Petroläther-Methanol-Dioxan (92:7:1) die R_f-Werte: Fe^{III} 0,84; Cu 0,77; Ni 0,50; Co 0,46 und Mn 0,20 gefunden. — Die beiden Diketone können auch als Tüpfelreagentien zum Nachweis dieser Metalle dienen. Zu 1 Tropfen der Metallsalzlösung gibt man 1 Tropfen 5%ige Natriumacetatlösung und 1 Tropfen einer 10%igen alkoholischen Lösung des Reagenses und erhält dann charakteristische Färbungen oder Niederschläge. G. Denk

III. Chemische Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Über die chromatographische Trennung und Bestimmung der Cycloparaffine stellten J. Janák, M. Rusek und A. Lazarev[3] im Rahmen ihrer Arbeiten über die chromatographische Halbmikroanalyse von Gasen[4] Untersuchungen an. Nach den früher[4] beschriebenen Methoden wurden die charakteristischen Elutionsvolumina (chromatographischen Spektren) von *Cyclopropan*, *Methylcyclopropan* und *Cyclobutan* auf Silicagel B und Aktivkohle B bei 20 und 80° C bestimmt. Die Werte sind gut reproduzierbar und zeigen, daß sich die einzelnen Glieder der homologen Reihe der Cycloparaffine voneinander trennen lassen. Cyclopropan

[1] Analyt. Chemistry **27**, 1131—1134 (1955). Univ. Baton Rouge, La. (USA).

[2] Berg, E. W., u. Mitarb.: Analyt. Chemistry **26**, 813 (1954); **27**, 127, 195 (1955); vgl. diese Z. **145**, 287 (1955); **148**, 282 (1955/56); **150**, 427 (1956).

[3] Chem. Listy **49**, 700—705 (1955) [Tschechisch]. Collect. czechoslov. chem. Commun. **20**, 1199—1205 (1955). Inst. f. Naphthaforsch., Brünn.

[4] Janák, J., u. Mitarb.: Vgl. diese Z. **142**, 453—455 (1954); **143**, 442 (1954); **145**, 30 (1955); **150**, 448 (1956).

und Cyclobutan sind in Wasser und in konz. Kalilauge unlöslich; Methylcyclopropan löst sich dagegen merklich und wird daher bei Analysen nicht restlos wiedergefunden. Die praktische Anwendung der chromatographischen Trennung wird an zwei Beispielen gezeigt, nämlich an der Analyse der UV-Photolyseprodukte von Cyclopentan, wobei in einer Gasmenge von etwa 1,8 ml an Silicagel die Bestandteile CO (+ Luft), Äthan, Äthylen, Propylen und Cyclobutan mit einem Gesamtfehler von 0,4% bestimmt werden konnten und an einem zur Anästhesie dienenden Gasgemenge von Helium, Sauerstoff, Stickoxydul, Äthylen und Cyclopropan, das in 2 ml Probe an Aktivkohle mit — 0,9% Fehler analysiert werden konnte.

H. KURTENACKER

Eine verteilungschromatographische Trennung aliphatischer Alkohole C_1—C_8 gelingt nach R. E. HENZE[1] in Form ihrer Alkyl-hydrogenphthalate auf Silicagelsäulen. Die genannte Verbindungsform wurde — den Sonderbedürfnissen des Verf. entsprechend — gewählt, weil sie sich zum Unterschied von den sonst vorliegenden Begleitstoffen aus organischen Lösungsmitteln leicht durch verdünnte Hydrogencarbonatlösung extrahieren und darauf durch Ansäuern wieder in die freie Halbesterform zurückführen läßt. Die Methode ist allerdings nur bei primären und sekundären Alkoholen anwendbar; tertiäre Alkohole werden dehydriert, ohne die gewünschten Halbester zu liefern. Zur Gewinnung der Alkylhydrogenphthalate werden 4 g feingemahlenes Phthalsäureanhydrid mit etwa 1 g jedes Alkohols — bei C_5—C_{10} unter weiterem Zusatz von 5 ml Toluol — gemischt und 1 Std lang unter Rückfluß erhitzt. Dann wird mit 25 ml Benzol geschüttelt, überschüssiges Anhydrid durch Filtrieren entfernt und mit einer 5%igen Lösung von Natriumhydrogencarbonat neutralisiert. Die wäßrige Schicht wird mit 2 × 25 ml Benzol durchgewaschen (zwecks Entfernung von noch vorhandenem freiem Alkohol und von Di-estern), mit verdünnter Salzsäure angesäuert und 3mal mit 25 ml-Mengen Chloroform ausgeschüttelt. Das Lösungsmittel der vereinigten Ausschüttelungen ist durch gelindes Erwärmen unter vermindertem Druck abzudunsten. Für die Beschickung der Säule werden folgende *Vorschriften* gegeben: a) liegen Alkohole C_5—C_{10} vor, so werden 80 g Kieselsäure (für Chromatographie), 48 ml Methanol, 4 ml Bromkresolgrünlösung (0,8 g/100 ml Methanol), 40 Tropfen 0,2 n Ammoniak und 200 ml methanolgesättigtes[2] Isooctan gemischt. b) für Alkohole C_1—C_4 werden gleichfalls 80 g Kieselsäure mit 8 ml Wasser, 8 ml *wäßriger* Bromkresolgrünlösung (0,4 g/100 ml Wasser unter Zusatz von 6 ml 0,1 n Ammoniak), 8 ml 0,02 n Ammoniak und 300 ml einer 1%igen Butanollösung in Chloroform (diese mehrmals mit gleichen Mengen Wasser gewaschen) gemischt. Beide Arten von Mischungen sollen in der Weise angesetzt werden, daß man zunächst den Indicator, das Ammoniak und die immobile Phase (also das Wasser bzw. das Methanol) im Mörser mit der Kieselsäure verreibt. Erst dann wird unter Rühren das Chloroform bzw. Isooctan hinzugefügt, wobei ein dünner, blaugrüner, leicht einfüllbarer Brei entsteht. Zum eigentlichen Chromatographieren verwendet Verf. Überdrucksäulen (Druckgas: Stickstoff) von 19 bzw. 10,4 mm innerem Durchmesser und einer Füllhöhe von 30 bzw. 29 cm. Solche Säulen gestatten die Trennung von je 20 bzw. je 5 mg der einzelnen Halbester. Letztere werden in 7 bzw. 4 ml einer Butanol-in-Chloroform-Mischung (1%ig) aufgebracht. Die Halbesterzonen sind an der nach gelb umgeschlagenen Indicatorfärbung zu erkennen und durch Vergleich mit analog behandelten, bekannten Halbestern zu identifizieren. R. KLOCKMANN

Für die Schnellanalyse von Monochloressigsäure, besonders auf den Gehalt an nicht chlorierter Essigsäure einerseits, Dichloressigsäure andererseits, geben

[1] Analyt. Chemistry **27**, 1349—1351 (1955). Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA).

[2] Es ist 90%iges Methanol zu verwenden.

L. F. Dupée und K. Gardner[1] eine gegenüber dem Verfahren von E. D. Smith, W. A. Mueller und L. N. Rogers[2] verbesserte verteilungschromatographische Arbeitsweise an. Das Adsorbens „Hyflo supercel" (Kieselgur) wird mit ungefähr gleicher Gewichtsmenge n Schwefelsäure innig gemischt, die Mischung mit einem großen Überschuß Äther 30—60 min lang unter Rückfluß erhitzt, abkühlen gelassen und schnell durch einen großen Büchnertrichter filtriert. Man wäscht mit reichlich Wasser nach, bis die Flüssigkeit gegen Bromkresolgrün neutral erscheint, saugt an der Pumpe ab und trocknet die Adsorbermasse 24 Std lang unter gelegentlichem Umrühren in einer flachen Schale bei 105—110° C. 20 g des so vorbehandelten, abgekühlten Adsorbenses werden in einem Mörser unter Rühren tropfenweise mit 10 ml n Schwefelsäure versetzt. Das Gemisch wird gelinde, aber doch so gut wie möglich homogen gerührt und mit einer besonders herzustellenden Flüssigkeit (im folgenden mit L bezeichnet) zu einem dünnen Brei verdünnt, der seinerseits gut durchgemischt und in das Chromatographierrohr eingefüllt wird. Die Flüssigkeit L wird durch Mischen gleicher Raumteile von Isopropyläther (technisch rein) und Petroläther (Kp 60—80° C) und Ausschütteln dieser Mischung mit etwa normaler Natronlauge hergestellt. Für je 2 l Ausgangsmischung ist zweimaliges Ausschütteln mit je 100 ml Lauge vorgeschrieben; die wäßrig-alkalische Schicht ist zu verwerfen, darauf soll durch Schütteln mit 100 ml Wasser nachgewaschen, dann auch diese Waschwasserschicht abgetrennt und verworfen und das Lösungsmittel endlich mit 50 ml n Schwefelsäure ins Gleichgewicht gesetzt werden. — In das Chromatographierrohr (50 cm × 14 mm), das als unteren Abschluß einen mit Äther vorextrahierten Wattestopfen enthält, füllt man das Adsorbens ein und wäscht dann unter Stickstoffdruck mit etwa 50 ml der Flüssigkeit L (2,5—3 ml/min) nach. Zur eigentlichen Bestimmung löst man etwa 2 g der Analysenprobe im Lösungsgemisch L zu 100 ml auf, gibt 1 ml davon auf die Säule und läßt durch Nachdrücken mit 2 × 1 ml L in das Adsorbens eintreten. Man wäscht dann unter Druck mit weiteren Mengen L nach und fängt geeignet große Fraktionen auf, die mit auf Monochloressigsäure eingestellter 0,01 n Natriummethylatlösung titriert werden können. Mit einer bekannten Mischung von Monochlor-, Dichlor- und nicht gechlorter Essigsäure orientiert man sich zuvor über die ungefähre Lage der positiven Fraktionen. Belegwerte für 0,2—1,0 mg Essigsäure und 0,2—1,2 mg Dichloressigsäure neben etwa 20 mg Monochloressigsäure lassen eine gute Verläßlichkeit der Methode erkennen. Bei vorbereiteter und geeichter Kolonne, die für 20—25 Analysen zu gebrauchen ist, kann eine vollständige Analyse innerhalb 2 Std ausgeführt werden.

R. Klockmann

Die spektrophotometrische Bestimmung von Estern und Anhydriden durch die *Bildung eines Hydroxamsäure-Eisenchelatkomplexes* haben R. F. Goddu, N. F. LeBlanc und C. M. Wright[3] ausgearbeitet. — *Ausführung.* Die zu bestimmende Probe mit einer Esterkonzentration von 0,01—0,001 Mol wird in absolutem Äthanol gelöst und 5 ml davon werden in einen Schliffkolben pipettiert. Jetzt setzt man 3 ml Hydroxylaminreagenslösung zu (gleiche Anteile 12,5%ige Hydroxylaminhydrochloridlösung in Methanol und 12,5%ige NaOH-Lösung in Methanol werden vermischt und filtriert; das klare Filtrat ist 4 Std benutzbar). Man erhitzt etwa bei 70—75° C 5 min am Rückflußkühler. Nach dem Abkühlen spült man die Lösung mit Eisen(III)-perchloratreagens (siehe unten) in 50 ml-Meßkolben über und füllt damit zur Marke auf. Nach kräftigem Umschütteln wird gegen einen Blind-

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 57—63 (1955). Fisons Pest Control Ltd., Harston, Cambridge (England).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 1117 (1952); vgl. diese Z. **141**, 200 (1954).

[3] Analyt. Chemistry **27**, 1251—1255 (1955). Hercules Powder Co., Wilmington, Del.

ansatz bei einer passenden Wellenlänge gemessen. Die Absorptionsmaxima der verschiedenen Ester liegen zwischen 520 mμ und 550 mμ. — *Zur Bestimmung der Anhydride und Lactone* in Gegenwart von Estern werden die Anhydride in einer Konzentration von 0,01—0,001 m in mit wasserfreiem Calciumsulfat getrocknetem Benzin, die Lactone und Ester in Alkohol, Äther oder Dioxan gelöst. Dann versetzt man die Probe mit 3 ml Reagenslösung, die hergestellt wird durch Neutralisieren von 12,5%iger methanolischer Hydroxylaminhydrochloridlösung mit 12,5%iger methanolischer Natronlauge gegen Phenolphthalein und Filtrieren. Die Lösung ist 4 Std brauchbar. Dann erhitzt man 10 min am Rückfluß und arbeitet wie beschrieben weiter. Die verschiedenen Eichkurven stellt man mit Testlösungen aus den entsprechenden reinsten Estern, Anhydriden bzw. Lactonen unter den gleichen Bedingungen auf. Säuren sowie die meisten Amide und Nitrile stören die Bestimmung nicht. Die Eisen(III)-perchloratstammlösung stellt man her durch Lösen von 5 g Eisen(III)-perchlorat in 10 ml 70%iger Perchlorsäure und 10 ml H_2O und Auffüllen unter Kühlen mit absolutem Alkohol auf 100 ml. Zur Herstellung der Reagenslösung daraus versetzt man 40 ml dieser Stammlösung mit 12 ml 70%iger Perchlorsäure und fügt absoluten Alkohol in 50—100 ml-Anteilen unter Kühlen bis zum Volumen von 1 l zu. Die Eisen-Ionenkonzentration ist dann 5,7 mMol, die $HClO_4$-Konzentration beträgt 0,16 Mol. H. Pohl

Über eine Säulen-Verteilungschromatographie aliphatischer Hydroxamsäuren berichtet J. B. Davenport[1]. Leitgedanke der Arbeit ist die Charakterisierung natürlich vorkommender Säuren und ihre Trennung, besonders auch solcher *ungesättigter* Verbindungen, deren Methylester praktisch gleiche Siedepunkte aufweisen. Günstig ist u. a. die glatte Umsetzbarkeit der Methylester zu den Hydroxamderivaten. Sie läßt sich bei Zimmertemperatur durch einfache Einwirkung einer alkalischen Hydroxylaminlösung auf den Ester durchführen, wobei die Reaktion gewöhnlich innerhalb weniger Minuten vollständig ist und das Derivat ausfällt. Nach Ansäuern und Verdünnen mit Wasser werden die gesättigten Hydroxamsäuren abfiltriert, die ungesättigten mit Diäthyläther extrahiert. Die chromatographische Trennung (5—10 mg je Komponente) erfolgt auf Säulen (nach Original: 37 × 3 cm) mit Cellulosepulver (Whatman, aschefreie Standardsorte), und zwar mit einem Gemisch von Methanol-Hexan-Wasser-Essigsäure (50:50:5:1) in üblicher Technik. Die ablaufende Waschflüssigkeit wird in einzelnen Fraktionen getrennt aufgefangen, die letzteren sind jeweils mit alkoholischer Eisenchloridlösung zu testen. Die Hauptfraktionen können dann entweder langsam bei Zimmertemperatur eingedunstet (falls gesättigte Verbindungen) bzw. — bei ungesättigten Säuren — bei Zimmertemperatur im Vakuum eingeengt werden; sie ergeben schöne und schmelzpunktsrichtige Kristallausscheidungen der einzelnen Hydroxamsäuren. Die Technik kann für präparative, sowie durch die oben erwähnte Farbreaktion auch für quantitativ-analytische Zwecke Verwendung finden. R. Klockmann

Phenole. E. T. Lippmaa[2] führt die *acidimetrische Bestimmung von Phenolen* durch eine direkte potentiometrische oder konduktometrische Titration in stark basischer Lösung durch, die eine Dielektrizitätskonstante nicht niedriger als 12—16 hat. Der Verf. verwendet eine Hochfrequenztitration (Frequenz 3,6 MHz) ohne Elektroden mit einem Lösungsmittel folgender Zusammensetzung: 450 ml Diäthylamin, 350 ml Diäthylformamid (zur Erhöhung der Dielektrizitätskonstante), 200 ml Pyridin (zur Verbesserung der Löslichkeit) und 1 g Thymol (verbessert den äquivalenten Punkt beim Titrieren von Carbonsäuren und einigen hochmolekularen

[1] Chem. and Ind. **1955**, 705—706. C.S.I.R.O., Homebush, N.S.W. (Australien).
[2] Ž. anal. Chim. **10**, 169—174 (1955) [Russisch]. Polytechn. Inst., Tallin.

Phenolen). Zur Titration dient eine 0,3 n Lösung von Kaliummethylat, die folgende Zusammensetzung hat: 840 ml Pyridin, 60 ml Benzol, 108 ml Methylalkohol und 13 g metallisches Kalium. Die Methodik kann bei *Enolen, Carbonsäuren und Phenolen* angewandt werden. Die alkoholische Hydroxylgruppe kann nicht titriert werden mit Ausnahme von Glykokoll. Eine schematische Darstellung des Hochfrequenztitrationsgerätes liegt in der Originalarbeit vor. MARTHA WILDAU

B. CAMBER[1] empfiehlt zur *Bestimmung von Phenolen* die von ihm[2] mitgeteilte Kupplungsreaktion ketosteroider Salicyloylhydrazone mit stabilisiertem p-Aminodiäthylanilin in Gegenwart von Perjodsäure oder Cyanoferrat(III) unter Entstehung blaugrün gefärbter Indoaniline. — *Bestimmung von Salicyloylhydrazon.* Man löst 5—50 μg dieser Verbindung in 1 ml Äthylacetat und fügt 1 ml 0,1%ige Lösung von stabilisiertem p-Aminodiäthylanilin (einer SO_2-Verbindung von p-Aminodiäthylanilin, („Genochrome" von May & Baker) hinzu. Man versetzt mit 1 ml 5%iger wäßriger Natriumhydrogencarbonatlösung und mit 2 ml gesättigter wäßriger Kaliumperjodatlösung. Dann schüttelt man das Reaktionsgemisch gründlich und gibt 3 ml Wasser und gepulvertes Natriumchlorid sowie die erforderliche Menge Äthylacetat zu. Man erhält eine vollkommen klare, stark gefärbte überstehende organische Phase, die man abdekantiert und gegen eine Blindlösung unter Benutzung eines geeigneten Filters colorimetriert. — *Bestimmung von Phenolen.* Hier verwendet man Kaliumeisen(III)-cyanid als Oxydationsmittel. 1—10 μg in 1 ml Wasser gelöste Phenole versetzt man mit 0,4 ml 0,1%iger Lösung von stabilisiertem p-Aminodiäthylamin und fügt 0,5 ml 0,33%ige Kaliumeisen(III)-cyanid- und 0,5 ml 5%ige Kaliumpyroboratlösung hinzu und ermittelt die Intensität der Färbung direkt. Wenn weniger als 1 μg Phenol zu bestimmen ist, extrahiert man mit n-Butanol oder Chloroform, welchen Extrakt man notfalls durch Abdestillieren des Lösungsmittels konzentriert. Die Färbung bleibt dabei beständig. — Auch Silbernitrat und Quecksilber(II)-chlorid sind wirksame Oxydationsmittel, was besonders histochemische Bedeutung hat. Die Reaktion ist von allgemeiner Bedeutung, die Färbungen wechseln bei den verschiedenen Phenolen. H. FREYTAG

G. GORBACH, O. G. KOCH und G. DEDIC[3] haben eine *Methode zur mikrophotometrischen Bestimmung geringer Mengen Phenol* (0,01—0,5 μg/ml) entwickelt, wobei das Phenol nach H. D. GIBBS[4] mit 2,6-Dibromchinon-4-chlorimid bei p_H 9,4 in einen intensiv blau gefärbten Indophenolfarbstoff übergeführt wird. Das zur Messung benutzte Absorptionsmaximum dieses Farbstoffes liegt bei 590—610 mμ. Seine Höhe hängt sowohl von der angewandten Reagensmenge als auch von der Reaktionsdauer ab. Unter den unten angegebenen Bedingungen erreicht die Extinktion nach 30 min ihren Maximalwert und fällt dann innerhalb 3 Std auf einen um ein Drittel niedrigeren, lange Zeit stabilen Endwert. Das LAMBERT-BEERsche Gesetz ist im untersuchten Bereich von 0—0,5 μg/ml Phenol erfüllt. Man muß gegen eine Blindprobe messen, da das Reagens bzw. seine Oxydationsprodukte merklich absorbieren. Die Absorptionskurven wurden mit einem Spektralphotometer Unicam Sp 600 ermittelt, für die photometrischen Bestimmungen wurde ein von G. GORBACH[5] angegebenes Mikrophotometer mit Capillarküvetten (d = 10 cm, Inhalt 0,7 ml, ⌀ 3 mm) benutzt. — *Arbeitsvorschrift.* Zu genau 1,0 ml der phenolhaltigen Lösung gibt man in einem Schliffspitzbecher mit Hilfe zweier Membranbüretten

[1] Nature (London) **175**, 1085 (1955). Charing Cross Hosp., London W.C. 2.
[2] CAMBER, B.: Nature (London) **174**, 107 (1954).
[3] Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 882—887. Techn. Hochschule Graz.
[4] J. biol. Chemistry **71**, 445 (1927); **72**, 649 (1927).
[5] Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 879; vgl. diese Z. **150**, 200 (1956).

zuerst 200 μl Boraxpufferlösung, dann 10 μl Reagenslösung, läßt nach Umschütteln ½ Std im Dunkeln stehen, mißt dann die Extinktion in 10 cm-Capillarküvetten bei 590—610 mμ gegen eine gleichzeitig hergestellte Blindprobe und entnimmt die Phenolkonzentration einer in gleicher Weise aufgestellten Eichkurve. Die Pufferlösung bereitet man durch Auflösen von 12,404 g Borsäure in 100 ml n Natronlauge, man verdünnt auf 1 l und stellt mit 0,1 n Natronlauge auf p_H 9,4 ein. Als Reagens benutzt man eine filtrierte 0,4%ige Lösung von 2,6-Dibromchinon-4-chlorimid in Äthanol. Das Reagens ist im Dunkeln und in der Kälte bis zu 4 Tagen haltbar. — Die Verff. geben für die Phenolbestimmung einen Maximalfehler von 2,5% an.

H. Specker

A. Lüttringhaus und D. Ambros[1] empfehlen als besonders geeignetes *Lösungsmittel zur papierchromatographischen Trennung von Phenolen, besonders von Phenylphenolen*, ein Gemisch von Methanol-Ameisensäure-Wasser im Verhältnis 5:1:5. Als Papiersorten werden empfohlen. Sch. & Sch. Nr. 2043a bzw. 2043b. Letzteres zeigt geringere Neigung zum „Ziehen" der Flecken. Zum Sichtbarmachen wurde mit diazotierter Sulfanilsäure besprüht. Es wurde gefunden, daß die o-substituierten Produkte im allgemeinen schneller wandern als die p-Isomeren. Eine Tabelle mit R_f-Werten und den Farben der entwickelten Flecken ist angegeben.

H.-F. Kurandt

Der Nachweis der freien Para-Stellung in Phenolen war Gegenstand einer Untersuchung von S. Soloway und A. Santoro[2] an 65 Phenolen. Phenole werden von Persulfat in ammoniakalischer Lösung in Gegenwart katalytischer Silbermengen rasch zu gefärbten Produkten oxydiert. Derivate mit einer freien Para-Stellung zeichnen sich gegenüber anderen dadurch aus, daß sie blaue oder grüne Farbstoffe ergeben, die sowohl p_H- als auch Redox-Indicatoren sind. Stoffe mit Substituenten in p-Stellung geben gelbe bis orangegelbe Farben. Phenole mit elektronegativen Substituenten (Nitro-, Cyano-, Carbonyl-, Amid-, Carbalkoxygruppen) in m- oder o-Stellung geben die Blau- oder Grünfärbung erst, wenn sie vorher mit Zinkstaub und Alkali gekocht worden sind; die Gruppen werden so zu positiven reduziert oder hydrolysiert. Als wahrscheinlich wird angenommen, daß die bei der Reaktion entstehenden Farbstoffe Indophenolabkömmlinge sind. Hierfür sprechen eine weitgehende Ähnlichkeit der Absorptionsspektren von Indophenol und Ätherextrakt des chromatographierten Reaktionsproduktes und die Tatsache, daß Indophenole und das Reaktionsprodukt durch Einwirkung von Zinkstaub entfärbt werden und durch Autoxydation ihre Farbe wiedergewinnen. R. Helmers

Über einen Nachweis von o-Diphenolmethyläther berichten F. Feigl und L. Hainberger[3]. Beim Erhitzen von cyclischen Methylenäthern von o-Diphenolen mit konz. Schwefelsäure wird Formaldehyd abgespalten, der in der Gasphase bei Kontakt mit Chromotropsäure und konz. Schwefelsäure eine Violettfärbung gibt. — *Arbeitsweise.* In die Hülse des in der Tüpfelanalyse oft gebrauchten Gasabsorptionsapparates[4] wird eine kleine Menge der festen Probe gebracht oder ein Tropfen der Probelösung zur Trockne verdampft. Man setzt 1—2 Tr. konz. Schwefelsäure hinzu und bringt auf den Kopf des Verschlußstückes 1 Tr. Reagenslösung (gesätt. Lösung von Chromotropsäure in konz. Schwefelsäure). Der Apparat wird anschließend 0,5 cm tief in ein auf 170° C erhitztes Ölbad getaucht. Nach 1—10 min entsteht, je nach Menge des abgespaltenen Formaldehyds, eine mehr oder weniger

[1] Angew. Chem. **67**, 305 (1955). Univ. Freiburg/Brsg.

[2] Analyt. Chemistry **27**, 798—800 (1955). City College, New York, N. Y.

[3] Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 806—811. Minist. Agricult., Rio de Janeiro.

[4] Feigl, F.: Spot Tests, 4. Aufl., 2. Band, S. 40. New York: Elsevier 1954.

intensive Violettfärbung. Durch Abstreifen des hängenden Tropfens auf eine Tüpfelplatte sind noch geringfügige Violettfärbungen gut wahrnehmbar. Der Nachweis kann auch bei Alkaloiden durchgeführt werden, die Diphenolmethylenäthergruppen enthalten. H.-F. KURANDT

Zur Titration einiger aromatischer Sulfenylhalogenide geben N. KHARASCH und M. M. WALD[1] eine Methode an, die auf der Reaktion: $2\,ArSCl + 2\,J^- \rightarrow ArSSAr + 2\,Cl^- + J_2$ beruht und in essigsaurer Lösung durchgeführt wird. Die Genauigkeit der Methode wird unter der Voraussetzung, daß Wasser absolut ausgeschlossen wird, mit $\pm$ 1% angegeben. Die Bestimmung ist für die Substanzen 2,4-Dinitrophenylsulfenyl-chlorid, -bromid, -thiocyanat und 2-Nitrophenylsulfenylchlorid erprobt. Triphenylmethansulfenylchlorid kann nach dieser Methode nicht bestimmt werden. Folgende Substanzen wurden bei der Titration von 2,4-Dinitrophenylsulfenylchlorid zugegeben und stören nicht: 2-Penten, abs. Äthylalkohol, Dimethylanilin, Benzylalkohol, Äthylacetessigester, Aceton, Cyclohexan (peroxydfrei), Äthyl-α-dinitrophenylthio-β-ketobutyrat, 2-Chlorcyclohexyl-2′,4′-dinitrophenylsulfid, 2-Chloro-2-phenyläthyl-2′,4′-dinitrophenylsulfid, Äthyl-2,4-dinitrobenzolsulfenat, Acetonyl-2,4-dinitrophenylsulfid. Bromaceton und Cyclohexanperoxyd stören die Reaktion. Sauerstoff hat ebenfalls einen Einfluß auf die Titration. Verff. empfehlen, die Titrationslösung mit Stickstoff zu durchspülen. Das gilt insbesondere bei Gegenwart von Salzsäure. — Die Titration wird unter folgenden Bedingungen durchgeführt: Man löst 4—6 g NaJ (1 Std bei 110° C getrocknet) in einem mit Glasstopfen versehenen Erlenmeyer-Kolben in 10—20 ml absolut trockener Essigsäure und gibt eine abgemessene Menge der gelösten Untersuchungssubstanz zu. Der Kolben wird mehrmals im Verlaufe von einigen Minuten kurz durchgeschüttelt, anschließend mit etwa 120 ml dest. Wasser verdünnt und mit einem Überschuß an eingestellter Natriumthiosulfatlösung umgeschwenkt. Der Überschuß an Thiosulfat wird mit Jodlösung zurücktitriert. Um bei Gegenwart eines wasserunlöslichen organischen Lösungsmittels die Titration durch die organische Phase zu vermeiden, hält man die Dichte der organischen Phase durch Zugabe von Tetrachlorkohlenstoff oder Äthylenchlorid größer als die des Wassers. E. HENGGE

Zur Bestimmung von kleinen Mengen Cumarin empfehlen P. J. PORCARO und V. D. JOHNSTON[2] die folgende UV-spektrophotometrische Methode. 0,1—10 g Substanz werden in einem 100 ml-Meßkolben mit 75 ml einer 0,1 n KOH-Lösung in 50%igem Äthanol versetzt und durchgeschüttelt. Nachdem mit der Kalilauge zur Marke aufgefüllt wurde, mißt man die Extinktion der Lösung bei 335 mμ im Beckman-Spektrophotometer unter Verwendung einer 1 cm-Küvette. Der Gehalt an Cumarin wird einer Eichkurve entnommen, die man erhält, indem man 25, 20, 15, 10, 5, 2,5, 1 und 0,5 ml einer Cumarinlösung (die mit Hilfe der 0,1 n alkoholischen Kalilauge hergestellt wurde und 0,1 mg Cumarin je Milliliter enthält) mit der Kalilauge auf jeweils 100 ml verdünnt und anschließend die Absorption mißt. Das BEERsche Gesetz ist erfüllt. Als Genauigkeit der Methode wird 0,01% angegeben. DORIS HEILIGMANN

Die chromatographische Trennung natürlicher Cumarine beschreiben A. CHATTERJEE und A. CHOUDHURY[3]. Die mittels Äther, Petroläther oder Benzol hergestellten Pflanzenextrakte werden zur Entfernung basischer Bestandteile mehrmals mit Säure ausgeschüttelt und dann auf eine Säule von Aluminiumoxyd gegeben.

[1] Analyt. Chemistry **27**, 996—998 (1955). Univ. Los Angeles, Calif. (USA).
[2] Food Technol. **9**, 197 (1955). Givaudan Corporat., New York.
[3] Naturwissenschaften **52**, 535–536 (1955). Univ. College of Science, Calcutta (Ind.).

Bei der darauffolgenden Eluierung mit Äther oder Petroläther werden Öle, Glyceride, Sterine und Triterpene bereits mit den ersten Fraktionen ausgewaschen, während die Cumarine zunächst noch am Aluminiumoxyd haften. Ihre Eluierung gelingt durch Nachwaschen der Kolonne mit Benzol oder Benzol-Äthylacetatmischungen. Für die quantitative Trennung der Einzelkomponenten muß die Chromatographierung der cumarinhaltigen Fraktionen auf einer zweiten Al_2O_3-Säule wiederholt werden, wobei als Eluierungsmittel in den meisten Fällen wieder Gemische von Benzol und Äthylacetat am zweckmäßigsten sind. Cumarine mit Phenolgruppen haften sehr fest und können mit Methanol oder Äthanol herausgelöst werden. Oft gelingt es, in einer Säule von 30 cm Höhe die einzelnen Komponenten in Banden aufzuspalten, deren Lage durch ihre Fluorescenz im UV-Licht feststellbar ist, so daß die Kolonne in Segmente aufgeteilt werden kann, die einzeln eluiert werden. Verff. gelang nach dem beschriebenen Verfahren die Aufteilung der Gemische von Cumarin(I), Umbelliferon(II) und Methylumbelliferon; I, II und Dicumarin, Psoralen und Bergapten(III); I, III und Xanthyletin in ihre chemisch reinen Einzelbestandteile. K. Söllner

Nachweisreaktionen und die quantitative Bestimmung von Flavonderivaten (FL) beschreiben M. R. Paris und J. Cornilleau[1]. Die wichtigsten Farbreaktionen zum Nachweis von FL, nämlich: A. die Reduktion in salzsaurer Lösung mit Magnesium bzw. B. mit Zink, C. die Reduktion in alkalischer Lösung mit Natriumamalgam, D. die Einwirkung von Citronensäure-Borsäure in wasserfreiem Milieu nach Wilson, E. von Oxalsäure-Borsäure nach Tauböck, F. die Einwirkung von Antimonpentachlorid, in Tetrachlorkohlenstoff oder Chloroform gelöst und die Bildung von farblackartigen Kondensationsprodukten mit G. Magnesiumacetat und H. Aluminiumchlorid sind in folgender Tabelle zusammengestellt (fl = fluorescierend, Fl = Fluorescenz):

Tabelle 1

Reaktion	Flavone	Flavonole	Flavanone	Chalkone	Isoflavone
A	orange	rot	violett	—	—
B	rot	rosa	rosa	—	—
C	gelb	dunkelgelb	gelb	gelb	gelb
D	grüngelb	grüngelb fl	—	gelb	—
E	—	grüngelb fl	—	—	—
F	gelb	gelb	gelb	violettrot	gelb
G	gelbe Fl	gelbe Fl	blaue Fl	gelbe Fl	gelbe Fl
H	gelb	gelbgrün	blaugrüne Fl	gelb	gelb

Für die *quantitative* Ermittlung der FL empfehlen Verff. folgende *Verfahren.* 1—2 ml der etwa $1‰$ FL enthaltenden Lösung in 60%igem Äthanol wird mit dem gleichen Lösungsmittel auf 5 ml verdünnt und mit 1 ml Salzsäure von 22° Baumé versetzt. Nach Zugabe von 75 mg Magnesiumfeilspänen entwickelt sich innerhalb von 10 min eine mindestens 2 Std stabil bleibende Färbung. Deren Extinktion wird mit dem Unicam-Spektrophotometer mit Grünfilter (530 mμ) bei Flavonolen, mit Gelbgrünfilter (550 mμ) bei Flavanonen gemessen (Diagramm im Original). Enthält der Auszug des Untersuchungsmaterials störende Substanzen, so wird nach folgender Technik gearbeitet. 1—4 ml der 1—4 mg FL enthaltenden Untersuchungslösung wird in einem Zentrifugenglas mit 3 ml 15%iger $AlCl_3$-Lösung gemischt. Nach Zusatz von 0,5 ml 20%igem Ammoniak und Ergänzen mit Wasser auf 10 ml zentrifugiert man 5 min mit 5000 U/min, gießt ab, suspendiert den Rückstand mit

[1] Ann. pharmac. franç. **13**, 192—199 (1955). Fac. de Pharm., Paris.

10 ml ammoniakhaltigem Wasser und zentrifugiert wieder. Den Rückstand löst man in 2 ml Salzsäure von 22° Baumé, füllt nach 10 min mit Wasser auf 5 ml auf, gibt 75 mg Mg-Feilspäne zu und verfährt wie oben beschrieben. Die Methode kann auch zur Bestimmung von FL in Urin oder Blut angewandt werden.

K. Söllner

Anthrachinonsulfonsäuren werden nach einer papierchromatographischen Methode leicht getrennt und identifiziert, die von M. Večeřa, J. Gasparič und J. Borecký[1] ausgearbeitet wurde. Zum Entwickeln kann man sich zweier Lösungsmittelsysteme bedienen: A. n-Butanol-Ammoniak-Wasser (2:1:1) und B. n-Butanol-Pyridin-Wasser (3:1:1)[2]. 7 cm vom oberen Rand eines Streifens 13 × 36 cm von Whatman Nr. 4- oder Schl. & Sch. Nr. 2043b-Papier trägt man Tüpfel (0,5 µl) der wäßrigen Kalium- oder Natriumsalzlösungen der Sulfonsäure auf, die Mengen der Größenordnung von 1—5 µg enthalten. Man entwickelt absteigend 4—5 Std lang (Lauflänge 25—30 cm) und trocknet die Streifen 15 min lang bei 105° C, im Falle der Entwicklung mit System B bis zur Beseitigung des Pyridins 60 min lang. Zur Feststellung der Flecken bestrahlt man das Chromatogramm 2—5 min mit unfiltriertem UV-Licht und beobachtet dann im filtrierten UV-Licht. Alle Sulfonsäuren fluorescieren grüngelb; am stärksten fluorescent sind die *2,6-* und *2,7-Anthrachinondisulfonsäuren*, am schwächsten *1-Anthrachinonsulfonsäure* und *1,8-Anthrachinondisulfonsäure*. Auch das Fluorescenzspektrum läßt sich zur Identifizierung heranziehen. — Tab. 1 enthält die R_f-Werte und die Nachweisgrenzen der verschiedenen Verbindungen.

Tabelle 1

Säure	R_f bei 21 ± 1° C mit Lösungsmittelgemisch		Nachweisgrenze in µg
	A	B	
1-Anthrachinonsulfonsäure	0,65	0,57	1
2- „	0,78	0,72	0,1
1,5-Anthrachinondisulfonsäure	0,04	0,07	0,1
1,6- „	0,09	0,15	0,1
1,7- „	0,14	0,19	0,1
1,8- „	0,26	0,35	1
2,6- „	0,19	0,29	0,01
2,7- „	0,19	0,29	0,01

H. Freytag

Über die Bestimmung von Fluorescein in verdünnten Lösungen haben E. Shotton und A. F. S. A. Habeeb[3] Versuche angestellt. Es wurde zunächst der Einfluß des p_H-Wertes einer Lösung, die 1 µg Fluorescein/ml enhielt, bei den p_H-Werten 4,4, 5,0, 5,5, 6,0, 6,5, 7,0, 8,0 u. 9,0 festgestellt. Die Fluorescenzmessungen wurden im Spekker-Fluorimeter mit Hg-Lampe und verschiedenen Glasfiltern (Durchlässigkeitsmaxima von 480—540 mµ) durchgeführt. Die größte Absorption wurde bei p_H 6 festgestellt; als günstigstes Filter bewährte sich ein Grünfilter mit Schwerpunkt bei 530 mµ. Unter diesen Bedingungen wurde eine Eichkurve mit Fluoresceintestlösung aufgestellt, die von 0,003—4 µg/ml reicht und geradlinig ist. Die Reproduzierbarkeit für Konzentrationen von 0,02—1,5 µg/ml lag bei 0,53 bis

[1] Chem. Listy **49**, 706—708 (1955) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. org. Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSR).

[2] Latinák, J., Chem. Listy **48**, 843, 1354 (1954); vgl. diese Z. **147**, 225, 228 (1955).

[3] J. Pharmacy Pharmacol. **7**, 456—462 (1955). Univ. London.

5,83%. Für Konzentrationen unter 0,01 μg/ml betrug der Fehler -19%. Anschließend wurden Lösungen mit Fluoresceingehalten von 0,1, 0,01 und 0,001% 8 und 80 Std am Rückflußkühler gekocht, der p_H-Wert auf 6 eingestellt und die Proben gegen Standardlösungen mit 0,5 und 1 μg verglichen. Es zeigte sich in keinen Fällen eine Abnahme bei den erhitzten Proben. Lösungen mit den gleichen Konzentrationen wurden 14 Tage dem indirekten Sonnenlicht ausgesetzt, Parallelproben 14 Tage lang im Dunkeln aufbewahrt. Es konnte keine Abnahme der Meßwerte festgestellt werden. Ferner wurden Versuche über flüchtige Stoffe in dem verwendeten Fluorescein angestellt. Dazu wurden 2 Lösungen mit 0,1% Fluorescein angesetzt. Für die eine Lösung wurde die Substanz vorher bis zur Gewichtskonstanz bei 105° C getrocknet, während für die andere Lösung die Substanz direkt eingewogen wurde. Anschließend unterwarf man beide Lösungen der Destillation und brachte gleiche Anteile des Destillates (25 ml) zur Messung. Die nichtgetrocknete Substanz zeigte wesentlich höhere Werte, erst nach der vierten Destillation waren die Werte von beiden Lösungen gleich. Das Fluorescein enthält also flüchtige Stoffe, die durch Trocknen bei 105° C bis zur Gewichtskonstanz entfernt werden.

H. Pohl

Die Ultrarotspektren von 20-Isosapogeninacetaten wurden von C. R. Eddy, M.-A. Barnes und Ch. S. Fenske[1] aufgenommen. Es sind Spektren von 10 verschiedenen neu entdeckten Verbindungen, welche die β-Konfiguration der Methylgruppe besitzen, die an das C-Atom 20 gebunden ist. Die Spektren haben einige charakteristische Einzelheiten, die zur Identifizierung der Verbindungen dienen können. Die Spektren sind verschieden von denen der natürlichen Sapogenine, welche die 20-α-Konfiguration besitzen.

A. Kurtenacker

Die Trennung der Flavine mit Hilfe von Ionenaustauschern beschreiben K. Yagi, J. Okuda und Y. Matsuoka[2]. Am besten eignet sich der Anionenaustauscher Dowex 1, von dem man 0,5 g (Siebfraktion 100—150 mesh) in ein Rohr von 8 mm ⌀ aus braunem Glas bringt und eine Säule von 20 mm Höhe erhält. Nach Überführung des Harzes in die Salzform läßt man die zu untersuchende wäßrige Lösung mit einer Geschwindigkeit von 2 ml/min durchfließen, wobei die Flavine adsorbiert werden. Zur Elution dienen wäßrige Salzlösungen (ebenfalls 2 ml/min), bei denen entweder 1. die Konzentration allein oder 2. Konzentration und p_H-Wert gleichzeitig geändert werden. — *Ausführung.* 1. Man wäscht den Harzaustauscher mit 0,05 m Boraxlösung (p_H 8,8) und bringt die Flavine in 0,05 m Boraxlösung auf die Säule. Riboflavin wird mit 0,05 m Boraxlösung eluiert, die 0,02 m NaCl enthält, Flavinmononucleotid mit der 0,1 m NaCl enthaltenden Boraxlösung und Flavinadenindinucleotid mit der Boraxlösung, die 0,5 m NaCl enthält. — 2. Das Harz wird mit 0,01 m NH_4Cl-Lösung in 0,01 m Ammoniaklösung (p_H 8,4) gewaschen, die Flavine (100 μg) werden als Lösungen in demselben Lösungsmittel aufgebracht. Riboflavin wird nicht adsorbiert und geht direkt in das Effluat. Flavinmononucleotid wird mit 0,05 m Ammoniumchloridlösung (p_H 5,6) und Flavinadenindinucleotid mit 0,1 m NaCl-Lösung in 0,01 Salzsäure (p_H 2,0) eluiert. Die Identifikation der Flavine erfolgt durch Papierchromatographie, die quantitative Bestimmung geschieht nach der Lumiflavin-Fluorescenzmethode. Die 3 Flavine werden nach beiden Methoden voneinander vollständig getrennt.

A. Kurtenacker

---

[1] Analyt. Chemistry **27**, 1067—1069 (1955). Eastern Regional Res. Lab., Philadelphia, Pa. (USA).

[2] Nature (London) **175**, 555—556 (1955). Nagoya Univ. (Japan).

Zur Durchführung der chromatographischen Trennung von Porphyrinen in Form ihrer Methylester empfehlen D. A. Rappoport, C. R. Calvert, R. K. Loeffler und J. H. Gast[1] *die Anwendung der Horizontal-Papierchromatographie.* Zwischen zwei etwa 32 cm im Quadrat messenden Glasplatten, deren eine in der Mitte ein etwa 6,3 mm starkes Loch besitzt, wird Whatman Nr. 3 MM-Papier der gleichen Größe eingelegt, das in der Mitte auf einem Kreis von 2,5 cm ∅ die Startpunkte der zu analysierenden Substanzen trägt. In das Loch wird eine passende Glasröhre zur Aufnahme der Entwicklungslösung mittels einer Gummidichtung eingesetzt. Die Überführung der Porphyrine (P) (Uro-P [8], Kopro-P I [4] und III [4], Proto-P IX [2]) in ihre Methylester (eingeklammerte Zahlen geben die Anzahl der Estergruppen an) geschieht durch Lösen der P-haltigen Gemische in salzsäuregesättigtem Methanol, Stehen der Lösung über Nacht bei Raumtemperatur und Ausschütteln der mit der 5fachen Menge Wasser verdünnten Lösung mit Chloroform. Als Entwicklungsflüssigkeiten sind a) eine Mischung von 3 Vol Petroläther (KP 30—60° C) und 1 Vol Chloroform oder b) ein Gemisch von 20 Vol Heptan, 1 Vol Äthylendichlorid und 1,5 Vol tert.-Butanol geeignet. Bei 1stündiger Entwicklung wird bereits eine scharfe Trennung der obengenannten Stoffe erzielt, wobei die R_f-Werte in der Reihenfolge der oben angeführten Porphyrinmethylester für a) 0, 0,53, 0,62, 0,38 und für b) 0,13 0,55, 0,70, 0,91 betragen. (Skizzen und Photo im Original).

K. Söllner

Die theoretischen Grundlagen der Gegenstromtrennung von Porphyringemischen besprechen J. Otero de la Gandara und J. Tamarit Torres[2]. Sie entwickeln unter Zugrundelegung der Gleichung von Bernoulli die mathematische Formulierung und bringen die Verteilungskurven der in einer früheren Arbeit durchgeführten Gegenstromtrennung von Koproporphyrin, Protoporphyrin und Deuteroporphyrin (ohne experimentelle Angaben). K. Söllner

IV. Spezielle analytische Methoden

1. Auf Lebensmittel und Gesundheitspflege bezügliche

Zur Bestimmung des Neutralisationsgrades in Milch veröffentlichen K. Woidich und L. Schmid[3] eine Methode, bei der durch potentiometrische Titration der „*Alkalitätsgrad*" bestimmt wird. Man versteht darunter die Milliliter 0,25 n Salzsäure, die zu 25 ml Milch zugesetzt werden müssen, um einen p_H-Wert von 2,7 zu erreichen. Der Alkalitätsgrad beträgt sowohl bei frischer als auch bei saurer Milch 10,1 (Höchstgrenze 10,2, maximale Abweichung ± 0,1), bei Magermilch 10,3. Bei einer Neutralisation wird der Alkalitätsgrad erhöht, und zwar erfolgt bei Zugabe von 0,021 g Natriumhydrogencarbonat eine Erhöhung um 1. Ein Zusatz von Formalin sowie ein Erhitzen der Milch beeinflussen den Alkalitätsgrad nicht, dagegen wird durch Wasserzusatz der Alkalitätsgrad verändert. — *Arbeitsweise.* 50 ml Milch werden mit 0,25 n Salzsäure titriert, und zwar so, daß die ersten 18 ml unter Rühren innerhalb 1½ min zugegeben werden, dann titriert man innerhalb 2—3 min auf p_H 2,7 zu Ende. Zur Anwendung kam der Beckman-Automatic Titrator Modell K mit einer Glaselektrode Nr. 4990-83 und einer Kalomelelektrode Nr. 1170, oder das Philips Universal-p_H-Meßgerät GM 4491 mit der Titration Unit der Fa. Baird und Tatlock (London) unter Verwendung der Philips-Glaselektrode GM 4241 und der Kalomel-

[1] Analyt. Chemistry **27**, 820—822 (1955). Baylor Univ. Houston, Tex. (USA).

[2] Recueil Trav. chim. Pays-Bas (Amsterdam) **74**, 637—639 (1955).

[3] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **102**, 167—171 (1955). Univ. u. Lebensmittelvers.-Anst. Wien.

elektrode GM 4242. Die Titrationsdauer soll 3—5 min nicht überschreiten. Die Berechnung des Alkalitätsgrades ergibt sich durch Division der Milliliter Säure durch 2. DORIS HEILIGMANN

Die Bestimmung des Zinkgehaltes in Camembertkäse, der zur Beurteilung eines etwaigen unzulässigen Gebrauchs von Formen und Fülltrichtern aus Zink bei der Herstellung dient, nimmt W. SCHWABE[1] in folgender Weise vor: Aus einem 125 g-Käse werden die Randschichten so abgeschnitten, daß 20 g resultieren. Nach gründlichem Durchmischen werden davon 10 g in ein Porzellanveraschungsschälchen eingewogen, über Nacht bei 105° C getrocknet und dann über kleiner Flamme eines Teclu-Brenners verschmort unter Vermeidung von Entflammen oder Verbrennen. Der verkohlte Schaleninhalt wird mit etwas Wasser befeuchtet, mit Hilfe eines Glasstabes zerdrückt und nach Trocknen 1 Std bei 500—600° C im Muffelofen verascht. Geringe Kohlenreste können unberücksichtigt bleiben. Man gibt nun 10 ml 25%ige Phosphorsäure und 5 ml Wasser hinzu, erwärmt auf dem Wasserbad bis zur vollständigen Lösung und filtriert in ein Becherglas. Das etwa 60—70 ml betragende Filtrat wird nach Zugabe von 1 ml 3%igem Wasserstoffperoxyd mit 25 ml Fällungsreagens (19,5 g Kaliumrhodanid und 12,5 g Quecksilber-(II)-chlorid mit Wasser zu 500 ml gelöst) versetzt. Nach mindestens zweistündigem Stehen wird durch Glasfiltertiegel G 4 abfiltriert. Man wäscht dreimal mit je 10 ml eines Waschwassers, das in 500 ml 10 ml des Fällungsreagenses enthält, darauf einmal mit 10 ml Methanol und trocknet bei 105° C im Trockenschrank. Das Gewicht des Niederschlags, mit dem Faktor 1,322 multipliziert, ergibt den Zinkgehalt in Milligrammen je 100 g Käse. L. ACKER

Die Biuret-Reaktion von Caseinen ist von R. SCHOBER, W. NICLAUS und W. CHRIST[2] studiert worden. Die Caseinlösung wird auf folgende Weise gewonnen: 25 ml Vollmilch werden mit 5 ml einer 10%igen wäßrigen Lösung von Äthylendiamintetraacetat (neutral gegen Phenolphthalein) versetzt und zu 50 ml aufgefüllt. Davon werden 30 ml mit 10 ml Amylalkohol in einem Zentrifugenglas 1 min lang kräftig geschüttelt und dann zentrifugiert. Von der klaren, überstehenden Lösung werden je 10 ml in zwei Zentrifugengläsern auf +4° C abgekühlt und mit je 2,5 ml eines gleichtemperierten Gemischs von 2 ml Acetatpuffer (0,5 n, p_H 4,5) und 0,5 ml 1 n Essigsäure versetzt. Der Caseinniederschlag wird abzentrifugiert, dreimal mit Wasser gewaschen, dann in dem einen Glase mit 2 ml 0,25 n Natronlauge gelöst und in einen 25 ml-Meßkolben übergeführt. Diese Lösung dient zur Stickstoffbestimmung nach KJELDAHL und zur Biuretreaktion. Der Caseinniederschlag im zweiten Zentrifugenglas wird nach dreimaligem Waschen mit Aceton zur Trockengewichtsbestimmung verwendet. Die Biuretreaktion wurde nach der Vorschrift von A. HILLER, R. L. GREIF und W. BECKMANN[3] durchgeführt: In 2 Zentrifugengläser (50 ml) gibt man je 2 ml der Natriumcaseinatlösung, 8 ml 3%ige Natronlauge und 0,25 ml einer Lösung von 20 mg $CuSO_4 \cdot 5\,H_2O$ in 1000 ml Wasser. Man schüttelt 15mal um, zentrifugiert nach 20 min langem Stehen und mißt die Extinktion der klaren Lösung bei 560 mμ. — Die erhaltenen Extinktionen wurden zu den Stickstoffwerten des Caseins in Beziehung gesetzt. Die dabei beobachteten Abweichungen lagen außerhalb der Fehlergrenze der Methode und zeigten, daß die Caseine von Milchen verschiedener Provenienzen verschieden stark reagieren, was möglicherweise auf eine Uneinheitlichkeit der Caseine zurückgeht. Lactose stört die Reaktion,

[1] Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **51**, 245—249 (1955). Bad Schwartau.

[2] Milchwissenschaft **10**, 238—242 (1955). Staatl. Milchwirtsch. Forsch.-Anst., Wangen/Allg.

[3] J. biol. Chemistry **176**, 1421 (1948).

anorganische Salze stören erst von 10% des Caseingehaltes an. Peptone machen sich ebenfalls erst von dieser Konzentration an bemerkbar. L. Acker

Die Möglichkeiten zur Erkennung der Alterung des Hühnereis haben H. Hadorn und R. Jungkunz[1] mit Hilfe der Methode von A. Janke und L. Jirak[2] studiert. Sie halten dieses Verfahren, das von der Tatsache Gebrauch macht, daß sich die Brechungsindices von Dotter und Eiklar während der Alterung ändern und die Menge des anorganischen Phosphats zunimmt, für brauchbar. Allerdings kommen sie zu etwas höheren Werten für anorganisches Phosphat in frischen Eiern. Bei der colorimetrischen Bestimmung von Phosphat empfehlen sie zur Reduktion des Ammoniumphosphormolybdats an Stelle von Hydrochinon p-Methylaminophenolsulfat (Photo-Rex), weil bei Verwendung von Hydrochinon die Intensität der Färbung sich innerhalb kurzer Zeit stark verändert und offenbar auch vom Licht abhängig ist. — *Ausführung.* In einem 50 ml-Meßkolben verdünnt man 2 ml Eiklar (bei alten gelagerten Eiern 1 ml) mit Wasser auf 12 ml und versetzt nacheinander unter Umschwenken mit je 2,5 ml 5%iger Ammoniummolybdatlösung, n Schwefelsäure und Photo-Rexlösung (0,25 g Photo-Rex werden in 100 ml 15%iger Kaliummetabisulfitlösung gelöst und filtriert). Nach 30 min Stehen bei 20° C versetzt man die stark trübe, blaue Flüssigkeit mit 12,5 ml Pufferlösung (Lösungsgemisch von 7,5 g Na_2SO_3 in 50 ml Wasser mit 200 ml 20%iger Na_2CO_3-Lösung), worauf sie sich klärt. Man füllt zur Marke auf, filtriert durch einen Wattebausch und mißt die Farbintensität im Filtrat mit Filter S 61 des Stufenphotometers gegen eine Blindprobe der Reagentien. L. Acker

Zur Bestimmung des Fleischgehaltes in Suppenpräparaten veröffentlichen S. Dannacher und M. Staub[3] eine Methode, die auf der Bestimmung des unlöslichen Fleischproteins beruht. — *Arbeitsweise.* 20 g Substanz werden in einem Zentrifugenglas (170×20 mm) mehrere Male durch Verrühren mit Äther entfettet, jeweils zentrifugiert, mit Alkohol und dann bis zur Chloridfreiheit mit kaltem Wasser ausgewaschen, wobei ebenfalls jeweils zentrifugiert wird. Der Rückstand wird zunächst im Wasserbad, dann bei 103° C und anschließend im Vakuum, zuletzt mit Hilfe von Phosphorpentoxyd, getrocknet. Nach Verreiben und abermaligem Trocknen des Rückstandes wird der Stickstoffgehalt bestimmt und bei gleichzeitiger Untersuchung des zur Herstellung verwendeten Fleisches der Fleischzusatz, bezogen auf die Trockensubstanz des fleischhaltigen Präparates, nach einer angegebenen Formel berechnet. Die Genauigkeit wird mit 1% angegeben. Steht das zur Herstellung verwendete Fleisch nicht zur Verfügung, so kann nur der Anteil an unlöslichem Fleischprotein festgestellt werden. Noch anhaftende Gemüse- und Mehlreste stören die Bestimmung nicht. Bei proteinhaltigen Mehlzusätzen wird eine Schlämmanalyse empfohlen. Während der Stickstoffgehalt der verschiedensten Fleischsorten annähernd konstant ist (15,5%), ist der Gehalt an unlöslichem Protein sehr verschieden, so betrug er bei Hühnerfleisch 55%, bei Ochsenschwanzfleisch 42%, bei Schinken 30% und bei Schildkrötenfleisch 25,3%. Doris Heiligmann

Papierelektrophoretische Untersuchungen über Eiweißverderbnis bei Fischen und Krebsen hat E. Ranke[4] mit einem Gerät nach C. von Holt, K. D. Voigt und

[1] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **46**, 168—177 (1955). Lab. VSK. Basel (Schweiz).

[2] Biochem. Z. **271**, 309 (1934).

[3] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **46**, 163—167 (1955). Kantonales Lab. Zürich (Schweiz.)

[4] Arch. Fischereiwiss. **6**, 199—218 (1955). Univ. und Bd.-Forsch.-Anst. Fischerei. Hamburg.

K. Gaede[1] durchgeführt. Es wurde bei 220 V mit dem Tiselius-Puffer von p_H 8,3 gearbeitet. Bei Spannungen von 300 und 400 V hat sich der von v. Holt[2] angegebene Puffer von p_H 8,5 und der Ionenstärke 0,045 bewährt. Für die Trennung der Aminosäuren, die mit Ninhydrinlösung sichtbar gemacht wurden, waren 2 Std ausreichend. Die Trennung der Proteine in den Muskelextrakten nahm erheblich längere Zeit (etwa 15 Std) in Anspruch als die Trennung der Proteine in Humansera. Für die Anfärbung der Proteine wurde Amidoschwarz 10 B benutzt. Zur Herstellung der Extrakte wurden die Fischmuskelproben im Starmix zerkleinert. Der Brei wurde durch vorsichtiges Schütteln im Extraktionsmittel (Tiselius-Puffer) 10 min in Suspension gehalten bei einem Mengenverhältnis von Brei zu Extraktionsmittel von 1:1 bis 1:2. Diese Aufschwemmung wurde bei 4500 U/min 15 min lang zentrifugiert. Der Extrakt wurde ohne Dialyse unmittelbar zur Elektrophorese verwendet. Es zeigte sich, daß mit zunehmender Lagerung zum Teil schon bestimmte Verderbnisfraktionen auftreten, bevor der eigentliche Verdorbenheitszustand erreicht ist. Dabei betreffen die durch die Lagerung bedingten Veränderungen vornehmlich die Peptid- und Aminosäurefraktion. L. Acker

Colorimetrische Methoden zur Verfolgung des Fermentationsprozesses bei der Herstellung von schwarzem Tee werden von J. R. Todd[2] beschrieben. Verf. stellte fest, daß die UV-Absorption wäßriger Tee-Extrakte bei 205 $m\mu$ ein Maß für den Gehalt an Polyphenolen ist, der bei der Fermentation abnimmt. Auch die Farbmessung des Tee-Extraktes mit einem Blaufilter (Ilford Nr. 303, Unicam G. P. Colorimeter) eignet sich zur Kontrolle der Fermentation. Verf. verglich beide Verfahren mit der jodometrischen Methode von W. S. Shaw[3] (Ermittlung der oxydierbaren Substanz) in der Ausführung von T. Eden[4] und stellte im ersten Falle eine positive, im zweiten Falle eine negative Korrelation fest. Er empfiehlt daher, die Farbdifferenz zwischen Auszügen der fermentierten und grünen Blätter zu messen, wodurch auch der Einfluß von Qualitätsunterschieden weitgehend eliminiert wird. H. Sperlich

Zum Nachweis des Konservierungsmittels o-Oxychinolin-Kaliumhydrogensulfat (Chinosol) in Tabak nach E. Wegner[5] wird o-Oxychinolin (I) zunächst durch Wasserdampfdestillation abgetrennt und dann papierchromatographisch identifiziert. — *Arbeitsweise.* Man destilliert aus einer Aufschwemmung von 25 g Tabak in 500 ml Wasser, die gegebenenfalls mit Dinatriumhydrogenphosphat neutralisiert ist, 200 ml Flüssigkeit ab. Man entfernt zunächst die Hauptmenge des Nicotins, indem man das natronalkalisch gemachte Destillat mit Äther ausschüttelt. Dann säuert man mit Salzsäure an, versetzt mit einem Überschuß an Natriumhydrogencarbonat und schüttelt I mit Äther aus. Die mit Natriumsulfat getrocknete ätherische Lösung wird im Vakuum bei Zimmertemperatur eingedunstet und der Rückstand in 2 ml Äthanol aufgenommen. 10 μl dieser Lösung, die bei Anwesenheit von I olivgrün ist, werden mit 15%iger Essigsäure 2 – 2½ Std aufsteigend chromatographiert (Whatman-Papier Nr. 1) und anschließend mit 1%iger alkoholischer Eisen(III)-chloridlösung besprüht. I gibt blaue, rasch verblassende Flecke, die später graublau werden und haltbar sind. Die Flecke können auch durch Besprühen mit einer Lösung von je 0,5 g Borsäure und Citronensäure in 20 ml Methanol und 10 min langes Trocknen bei 100° C lokalisiert werden. I gibt dabei eine gelblichgrüne

[1] Biochem. Z. **323**, 345 (1952).

[2] Chem. and Ind. **1955**, 704—705. Res. Inst. of East Africa, Kericho (Kenia).

[3] Unit. Planters' Assoc. Southern India, Bull. **4**, 2 ed. 1934.

[4] Empire J. exp. Agric. **3**, 115 (1935).

[5] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **102**, 34—37 (1955). Bundesanst. Tabakforsch., Forchheim b. Karlsruhe.

Fluorescenz. Da bei der Isolierung von I Zersetzungsprodukte entstehen, benutzt man als Vergleichslösung nicht reines I, sondern eine Lösung, die durch Wasserdampfdestillation von 8-Oxychinolin-Kaliumhydrogensulfat und anschließende Aufarbeitung des Destillats wie oben beschrieben hergestellt wird. — I kann auch mit Hilfe des Lösungsmittels n-Butanol, das mit 0,0667 m Phosphatpuffer vom p_H 6,25 gesättigt ist und auf Papier, das mit demselben Puffer imprägniert ist, chromatographiert werden. In diesem Fall werden die Flecke mit Joddämpfen oder mit Dragendorff-Reagens sichtbar gemacht. Nicotin erscheint ziegelrot, I schwach rosa auf gelbem Untergrund. H. Sperlich

Zur Bestimmung von Nicotin und Teerprodukten in Zigaretten beschreiben C. Decker, A. Girardet, P. Golaz und R. Regamey[1] einen Apparat, der das Abrauchen von 5 Zigaretten gleichzeitig ermöglicht. Es wird ein Arbeiten bei konstantem Druck (20 mm Hg) oder bei konstantem Rauchvolumen empfohlen. Die weitere Bestimmung wurde nach schon früher von den Verff. modifizierten[2] Verfahren nach E. Waser[3] und nach Pfyl[4] durchgeführt. Das Nicotin wurde durch Wasserdampfdestillation aus dem gereinigten, wäßrigen, alkalischen Auszug isoliert und gravimetrisch oder volumetrisch bestimmt. Zur Trennung der Teerprodukte wurden der Inhalt der Waschflaschen mit Chloroform behandelt, die Extrakte auf dem Wasserbad eingedampft und dann 2 Std bei 105° C bis zur Gewichtskonstanz (1 mg) getrocknet. Doris Heiligmann

Zur Bestimmung von Natriumhydrogencarbonat in Backpulvern, die Calciumcarbonat enthalten, geben W. H. Stephenson und A. W. Hartley[5] eine Methode an. Man verwendet zur Bestimmung den Chittick-Apparat[6] und zersetzt nicht wie üblich mit Säure, sondern mit 2,5%iger $Na_2H_2P_2O_7$-Lösung. Hierbei wird nur die im $NaHCO_3$ steckende Kohlensäure in Freiheit gesetzt, während Calciumcarbonat völlig unangegriffen bleibt. K. Brodersen

Vitamine. *Zur photometrischen Bestimmung von Vitamin A in Margarine* modifizieren J. W. Lord und P. M. Bradley[7] die „Official"-Methode nach J. Boldingh und J. R. Drost[8]. Eine einwandfreie Trennung von Vitamin A und Carotinen ist möglich durch Anwendung von entfettetem *Knochenmehl* als Adsorbens an Stelle des von Boldingh und Drost empfohlenen aktivierten Aluminiumoxydes. — *Arbeitsweise.* Zur Chromatographie kommt eine Säule von 20 bis 25 cm Länge und 1 cm Durchmesser zur Anwendung, die mit Leichtpetroleum (Fp 80—100° C) vorbehandelt wurde. 10 g Margarine werden verseift und das Unverseifbare wird mit Leichtpetroleum bei einem Druck von 10—15 cm Hg (2 Tropfen in der Sekunde) über die Säule gegeben. Anschließend wäscht man mit mindestens 50 ml Leichtpetroleum bis zur restlosen Entfernung der Carotinfarbstoffe aus. Dann wird

[1] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **46**, 178—182 (1955). Ecole de pharmacie, Lausanne (Schweiz).

[2] Vgl. Girardet, A., L. Fauconnet, S. Bisaz, C. Decker u. E. Pouterman, Vol. Jubilaire, P. Casparis, p. 90 (1949).

[3] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **26**, 205 (1935).

[4] Pfyl, B., u. O. Schmitt: Z. Lebensmittel-Unters.- u. -Forsch. **54**, 60 (1927); **66**, 501 (1933); vgl. diese Z. **73**, 476 (1928); **100**, 361 (1935).

[5] Analyst (London) **80**, 461—470 (1955). Spillers Ltd., London, E. 16, und Cambridge (England).

[6] Chittick, J. R., F. L. Dunlap u. G. D. Richards: Cereal Chem. **7**, 473 (1930).

[7] Analyst (London) **80**, 429—441 (1955). J. Bibby & Sons, Ltd., Liverpool (Engl.).

[8] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **28**, 480 (1951); vgl. auch diese Z. **134**, 286 (1951/52).

mit Leichtpetroleum, das 16% frisch über Natrium destillierten Äther enthält, das Vitamin A eluiert und der Extrakt jeweils in aliquoten Teilen von 5 ml gesammelt. Je 0,4 ml werden zur Prüfung auf den Vitamin A-Gehalt mit Carr-Price-Reagens[1] getestet und bei positivem Ausfall 2 oder 3 ml der betreffenden Extrakte mit Leichtpetroleum zu 20 oder 25 ml ergänzt und die Extinktion bei 325 mμ bestimmt. Die Säule wird hernach zur Regeneration mit einer Mischung von Leichtpetroleum und Äther und mit Leichtpetroleum behandelt. Unter Berücksichtigung eines Faktors von 0,91 bei der Berechnung ergab sich nahezu eine 100%ige Übereinstimmung, während die Methode nach J. Boldingh und J. R. Drost 107% ergab.

Doris Heiligmann

Eine neue Methode zur Bestimmung von Aneurin gründet P. Rózsa[2] auf die saure Hydrolyse der Methylaminopyrimidinkomponente, bzw. auf die Aufspaltung des Thiazolringes und Oxydation des Sulfidschwefels zu Sulfat. 10—20 mg Substanz werden mit 5 ml 50%iger Schwefelsäure unter Rückfluß im Destillierapparat von Schulek und Vastagh 1 Std gekocht, der Kühler wird mit 2 ml Wasser ausgespült, die Lösung mit Methylrot versetzt und der Apparat zur Destillation eingestellt. In die Vorlage werden 10 ml 0,02 n Schwefelsäure und 1 Tr. Methylrotlösung gegeben. Die Lösung wird zum Kochen erhitzt und nach der Verdrängung der Luft wird aus dem Trichter ausgekochte Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion und noch 1 ml zugetropft. Nach Beendigung der Destillation wird die Menge des Ammoniaks mit 0,02 n Schwefelsäure gemessen. Der Destillationsrückstand wird in einem Bromierungskolben von 500 ml mit 10 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung und 1 g Kaliumbromid vermischt und mit 10 ml konzentrierter Salzsäure angesäuert. Nach 1 Std wird Kaliumjodid zugegeben und das freigesetzte Jod mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung bestimmt. 1 ml 0,02 n Schwefelsäure zeigt 6,743 mg, bzw. 1 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung 4,214 mg Aneurin an. — Aus Tabletten wird der Wirkstoff mit Alkohol herausgelöst; ein Anteil der Lösung wird nach Vertreiben des Alkohols verwendet. Die Methode ermöglicht die Bestimmung von zersetztem Aneurin neben unzersetztem, indem letzteres bei den angegebenen Versuchsbedingungen kein Brom verbraucht, zersetztes aber in dieser Weise bestimmt werden kann. Das Verfahren ist bedeutend einfacher und schneller ausführbar als die bisher üblichen Methoden; die Ergebnisse sind auf 1% genau.

J. Plank

A. J. Zimmer und C. L. Huyck[3] beschreiben *eine lichtabsorptiometrische und eine polarographische Bestimmungsmethode für Riboflavin (RN)*. Mit USP-Standard-RN stellt man Lösungen von 0,5—10 μg/ml her und bestimmt nach deren Einstellung mit Essigsäure auf p_H 3,4 ihre UV-Absorption im Beckman-Spektrophotometer Modell DU bei den Wellenlängen 267, 270, 440 und 445 mμ. Die Verbindungslinien der Extinktionswerte der verschiedenen Konzentrationen stellen durch den Koordinatenschnittpunkt laufende Gerade dar, während höhere RN-Konzentrationen nicht mehr dem Beer-Lambert-Gesetz entsprechen. Standard-RN enthaltende 0,1 n Kaliumchloridlösungen verdünnt man mit 0,02 n Essigsäure auf Gehalte von 10—100 μg RN/ml und ermittelt im Sargent-Polarograph Modell III ihre ebenfalls auf einer Geraden liegenden Polarisationsspannungen (Diagramme im Original). Zur Isolierung von RN aus pharmazeutischen Präparaten pulvert und mischt man 20 Tabletten, entnimmt der Mischung die einer Tablette entsprechende Menge und extrahiert diese mit 30—40 ml 0,02 n Essigsäure auf dem Wasserbad bei 50° C.

[1] Erhältlich bei The British Drug Houses, Ltd.

[2] Magyar Kémiai Folyóirat **61**, 122—125 (1955) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.-fass.) Landeshyg. Inst., Budapest.

[3] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **44**, 344—348 (1955). College of Pharmacy a. Allied Sci., St. Louis, Mo (USA).

filtriert durch ein Whatman Nr. 40-Filter in einen 100 ml-Meßkolben, wäscht mit 0,02 n Essigsäure nach, bis das Filter unter der UV-Lampe keine Fluorescenz mehr zeigt und füllt mit der gleichen Säure bis zur Marke auf. Die Lösung soll etwa 5 μg RN ml enthalten. Der Vergleich ihrer Absorptionswerte bei 265—270 mμ mit der Standardkurve ergibt den Gehalt des Präparates an RN. Während spektrophotometrisch RN-Mengen von 2 —5 μg/ml erfaßt werden, werden für die polarometrische Ermittelung Konzentrationen von 10—100 μg/ml RN benötigt. Demgegenüber läßt sich die fluorimetrische Bestimmung von RN nach der USP zwar bereits mit 0,1 bis 0,2 μg ml durchführen, doch beträgt hierbei der Fehler 5—10%. K. Söllner

Über die colorimetrische Bestimmung der Qualität von Azoribamin hat V. M. Iosikova[1] folgende Methodik ausgearbeitet: 20 mg des zu untersuchenden Azoribamins werden in 100 ml Aceton und dieselbe Menge (20 mg) in 100 ml kaltem Benzol gelöst. Beide Lösungen werden filtriert und die Filtratfärbungen colorimetrisch gemessen (Lichtfilter 470 mμ). Mittels einer Vergleichskurve von reinem Azoribamin ermittelt man die Summe aller Farbstoffe in der ersten Lösung und die gelben Farbstoffe in der zweiten Lösung (im kalten Benzol lösen sich nur die gelben Beimischungen). Durch Substraktion der zweiten Resultate von den ersten erhält man den prozentualen Gehalt von Azoribamin in der zu untersuchenden Lösung.

Martha Wildau

Zur quantitativen colorimetrischen Bestimmung von Ascorbinsäure nach dem Auswaschen aus Papierchromatogrammen empfehlen Z. Pádr, M. Šmíd und V. Šícho[2] die Reaktionen mit *Tetrazoliumsalzen*, von denen 2,3,5-Triphenyltetrazoliumchlorid (TTC) und 2,2-p(Di-o-methoxy)-diphenylen-3,3',5,5'-tetraphenyltetrazoliumchlorid (BT) geprüft wurden. Von beiden Reagentien benutzt man 0,5%ige Lösungen, die kurz vor dem Versprühen mit dem gleichen Volumen n Natronlauge vermischt werden. Die Ascorbinsäureflecken färben sich sofort nach dem Besprühen rot mit TTC, blau mit BT. Bei Zuckern treten diese Färbungen erst durch Erwärmen auf. Zur Entwicklung der Papierchromatogramme bedient man sich der üblichen absteigenden Technik oder der Rundfiltertechnik mit den bekannten Lösungsmittelgemischen (z. B. n-Butanol —Essigsäure—Wasser, 4:1:5). Das Whatman Nr. 1-Papier wird zunächst mit Komplexonlösung gewaschen oder mit 2%iger Citronensäurelösung imprägniert. Sehr geeignet erscheint den Verff. die Rundfiltertechnik in einer Wasserstoffatmosphäre (M. Ulmann[3]). Obwohl TTC und BT keine spezifischen Reagentien sind, kann das Verfahren doch praktische Bedeutung haben, z. B. zur Ascorbinsäurebestimmung in pharmazeutischen Präparaten, die keine reduzierenden Stoffe enthalten, zur Bestimmung der Gesamtmenge der reduzierenden Stoffe (Zucker, Reducton) in Obst und Gemüse usw. Von den Zuckern kann Ascorbinsäure papierchromatographisch getrennt werden. Mit TTC sind 15 —20 μg, mit BT 10 μg Ascorbinsäure erfaßbar. H. Freytag

Eine biologische Methode zur Bestimmung von Vitamin D unter Verwendung von radioaktivem Phosphor wird von P. Numerof, H. L. Sassaman, A. Rodgers und A. E. Schaefer[4] beschrieben. 21 Tage alte Ratten werden mit Vitamin D-freier Kost ernährt, bis nach etwa 16 Tagen Rachitis auftritt. Nun erhalten sie mittels Schlundsonde das zu testende Vitamin D-Präparat in Öl gelöst und 48 Std danach intraperitoneal 0,5 ml einer physiologischen, 20—25 μC radioaktiven Phosphor enthaltenden Kochsalzlösung. Nachdem die Tiere vom Tage der Vitamin D-

[1] Ž. anal. Chim. **10**, 191 (1955) [Russisch]. Vitaminunters. Inst., Moskau.
[2] Naturwissenschaften **42**, 210 —211 (1955). Techn. Hochsch. Prag.
[3] Pharmazie **9**, 523 (1954) vgl. diese Z. **147**, 298 (1955).
[4] J. Nutrit. **55**, 13—21 (1955). E. R. Squibb & Sons, New Brunswick, N. J.

Applikation ab nochmals 9 Tage mit dieser vitaminfreien Kost gefüttert worden waren, wird nach einer im Original beschriebenen Methode mittels eines GEIGER-MÜLLER-Zählers der Gehalt ihres Skelettes an radioaktivem Phosphor ausgezählt. Dieser ist proportional der einverleibten Menge Vitamin D. K. SÖLLNER

Bei der Bestimmung von Bleispuren in Nahrungsmitteln nach der Dithizonmethode treten immer dann Fehler auf, wenn die Substanz mehr Erdalkalien und Magnesium enthält, als bei der einzuhaltenden alkalischen Reaktion durch Citrat in Lösung gehalten werden kann, indem das Blei von dem entstehenden Niederschlag beträchtlichenteils mitgefällt und der Bestimmung entzogen wird. Nach E. I. JOHNSON und R. D. A. POLHILL[1] vermeidet man diesen Fehler, wenn man die Erdalkalien durch Zusatz von Natriumhexametaphosphat in Lösung hält. Zu der Aschelösung aus 5 g Substanzeinwaage gibt man 10 ml 10%ige Natriumhexametaphosphatlösung (p_H 9,5; Haltbarkeit der Vorratslösung bei diesem günstigsten p_H-Wert mindestens 1 Monat). Nach Zusatz aller weiteren wäßrigen Reagenslösungen[2] soll das Gesamtvolumen 50 ml betragen. Die Extraktion des Bleis mit Dithizonlösung und seine Bestimmung kann man dann nach bekannten Methoden durchführen, z. B. nach der des *Analytical Methods Committee*[2], welche die Verff. etwas modifiziert noch einmal beschreiben. — Da Natriumhexametaphosphat noch nicht „bleifrei" hergestellt wird, kann man die 10%ige Lösung durch Schütteln mit Dithizon in Chloroform leicht selbst reinigen. — Natriumhexametaphosphat scheint die Extraktion von Wismut durch Dithizon zu verzögern und deshalb in vielen Fällen eine besondere Abtrennung dieses die Bleibestimmung störenden Metalls entbehrlich zu machen. F. NEUMANN

2. Auf Handel, Industrie u. Landwirtschaft bezügl. Methoden

Atmosphärische Luft. Aufbau und Leistungsfähigkeit eines einfachen, tragbaren Analysengerätes zur *Bestimmung giftiger Gase und Dämpfe in der Atmosphäre* werden von D. J. TROY[3] beschrieben. Die Extinktion von Gasproben wird mit diesem Gerät bei einer bestimmten Wellenlänge gemessen. Das Verfahren eignet sich daher für Gase, die dort eine Eigenabsorption besitzen, ist aber nicht selektiv. Die erfaßbaren Konzentrationen liegen zum Teil sehr niedrig und in allen untersuchten Fällen weit unterhalb der Erträglichkeitsgrenze (Benzol, Chlorbenzol: $0{,}8 \cdot 10^{-4}$%; Nitrobenzol, Nickelcarbonyl: $0{,}015 \cdot 10^{-4}$%; Ozon: $0{,}025 \cdot 10^{-4}$%; Quecksilber: $3 \cdot 10^{-4}$%). Die benutzte Lichtquelle, eine Hg-Entladungslampe, emittiert 80% ihrer Strahlung bei 254 mμ. Der Extinktionskoeffizient der Proben bei dieser Wellenlänge bestimmt also im wesentlichen die Nachweisgrenze. Durch zwei Filter kann jedoch das Hg-Spektrum in verschiedener Weise gefiltert werden; dabei sinkt in einigen Fällen (z. B. Chlor, Brom, NO_2) die Nachweisgrenze ab, in anderen Fällen (z. B. Aceton, Benzol, Cyclohexanon, Phosgen, SO_2) steigt sie beträchtlich an, so daß hierdurch eine gewisse Selektivität erhalten werden kann. — Das Gerät enthält neben der Strahlungsquelle zwei Photozellen in Differenzschaltung und ein empfindliches elektronisches Galvanometer. Zwischen der Strahlungsquelle und der einen Photozelle befindet sich eine Durchflußküvette für das zu untersuchende Gas. Die Meßanordnung gestattet, eine Extinktion von $4 \cdot 10^{-5}$ (0,01% Absorption) noch zu messen. Der Meßbereich kann in mehreren Stufen von 0—0,00043 bis 0—0,046 eingestellt werden; der Nullabgleich bei leerer Küvette erfolgt durch Blenden.

[1] Analyst (London) **80**, 364—367 (1955). Government Lab., London W. C. 2.

[2] Analyst **79**, 397 (1954); vgl. diese Z. **145**, 112 (1955).

[3] Analyt. Chemistry **27**, 1217—1221 (1955). E. I. du Pont de Nemours u. Co., Wilminghton, Del. (USA).

Eine Messung dauert etwa 1 min, jedoch ist die hierbei zum Spülen der Küvette erforderliche, oft beträchtliche Zeit nicht gerechnet. Die Eichung erfordert besondere Sorgfalt, da Adsorptionseffekte bei kleinen Konzentrationen schon eine beträchtliche Verfälschung ergeben können. Abweichungen vom BEERschen Gesetz infolge spektraler Unreinheit werden in dem untersuchten Bereich kleiner Extinktionen nicht beobachtet. Der Verf. beschreibt zur Eichung eine Strömungsmethode, bei der in einer Glasapparatur Luft und Gas oder Dampf exakt dosiert werden können. Bei zweistufiger Verdünnung werden Konzentrationen bis zu 10^{-5}% erhalten. Noch kleinere Werte können eingestellt werden, indem man in die Apparatur eine verdünnte Lösung der Suspension der Probe in einem nichtabsorbierenden Lösungsmittel einbringt (z. B. Wasser, Alkohol). H. SPECKER

Zur Bestimmung von weniger als 0,01 Vol.-% Kohlenmonoxyd in etwa 300 ml Gas (*Luftproben in Kohlengruben*) nach der jodometrischen Methode (Reaktion mit J_2O_5) empfiehlt H. G. GLOVER[1] die Absorption der Joddämpfe in *trockenem Silicagel* an Stelle der üblichen Absorption in Kaliumjodidlösung. In den meist verwendeten 5 ml 4%iger KJ-Lösung können weniger als 5 μg CO nicht mehr erfaßt werden. Absorbiert man dagegen die Joddämpfe in einer kleinen Menge (50 mg) von gekörntem Silicagel und verwendet man ein sehr kleines Titrationsvolumen (etwa 0,07 ml), so kann noch 0,1 μg CO sicher bestimmt werden. Man verwendet eine n/560 Thiosulfatlösung, die je 1 ml äquivalent ist 0,1 ml CO. Die jodometrische Titration ist mit dieser Maßlösung und Stärke als Indicator auf $\pm$ 1 μl genau ausführbar. Im Original sind die Mikrobürette und andere verwendete Gefäße beschrieben. In höheren CO-Konzentrationen bietet die Anwendung von Silicagel keine Vorteile gegenüber der üblichen Jodkaliumlösung.

K. BRODERSEN

V. A. MOROZOV[2] berichtet über die *Bestimmung des Gehaltes an einigen ungesättigten Kohlenwasserstoffen in der Luft.* Er macht darauf aufmerksam, daß die Bromierung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe nicht nur von der Zeit, sondern auch vom Licht und der Temperatur abhängt. — Er entnimmt die Luftproben mit einer Geschwindigkeit von 300 ml/min und leitet sie in 3 hintereinandergeschaltete POLEŽAEV-Absorptionsapparate, die mit je 2 ml Äthylalkohol gefüllt sind und die in kaltes (8—10° C) Wasser oder besser in Eis tauchen. Im dritten Apparat waren keine ungesättigten Kohlenwasserstoffe mehr nachzuweisen, die Absorption in den beiden ersten war daher vollständig. Die Apparate werden mit 0,5 ml Alkohol nachgewaschen. In das Sammelgefäß (Reagensglas mit Glasstopfen) gibt man 3 ml Bromwasser (2%ige NaBr-Lösung, mit Brom gesättigt), verschließt, schüttelt und hält in einem Bad mit kaltem (10—12° C) Wasser im Dunkeln 30 min. Sodann wird 1 ml 5%ige KJ-Lösung eingefüllt, geschüttelt und 3—5 min unter gleichen Bedingungen stehengelassen. Endlich werden 3—5 Tropfen 1%ige wäßrige Stärkelösung zugegeben und das ausgeschiedene Jod mit 0,01 n Thiosulfatlösung titriert. Die Empfindlichkeit beträgt 0,02 mg je 2 ml Prüflösung. Die Blindprobe wird wie oben, nur mit Alkohol an Stelle der Prüflösung durchgeführt. Wesentlich ist das genaue Einhalten des Zeitpunktes der Titration; bei einer Verzögerung gewinnt man keine vollwertigen Ergebnisse. Beleganalysen weisen die Brauchbarkeit des vorgeschlagenen Verfahrens nach; die Abweichungen betrugen $\pm$ 6,5%. Das Verfahren erfaßt die Summe aller ungesättigten Verbindungen.

A. v. WILPERT

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 5—10. Nation. Coal Board, Manchester (Engl.).
[2] Gig. i. San. (Hyg. u. Sanitätswes.) **1955**, H. 7, 47—48 [Russisch]. Sanit. Forsch.-Inst. Erisman.

Für die quantitative Bestimmung von Trichloräthylen in der Raumluft und von Trichloressigsäure im Harn verwendet G. A. HUNOLD[1] die Reaktion von K. FUJIWARA[2], die darauf beruht, daß die genannten Stoffe mit Pyridin in alkalischer Lösung eine Rotfärbung geben. Die Intensität dieser Färbung wird gemessen. Trichloressigsäure wird im Harn nach dem Einatmen von Trichloräthylendämpfen als Umwandlungsprodukt neben Trichloräthanol ausgeschieden. Bei der Behandlung von Trichloressigsäure mit Natronlauge entsteht Chloroform, das mit Pyridin den roten Polymethinfarbstoff gibt. Die von HUNOLD entwickelten Arbeitsvorschriften sind Modifikationen des Verfahrens zur Bestimmung von Trichloräthylen in der Luft und in biologischem Material von R. FABRE und R. TRUHAUT[3] und des Verfahrens zum Nachweis von Trichloressigsäure im Harn von R. K. WALDMAN und L. A. KRAUSE[4]. — *Ausführung. Bestimmung von Trichloräthylen in der Luft.* Die für die *Aufstellung der Eichkurve* notwendigen Eichlösungen erhält man durch Verdünnen aliquoter Teile einer eingestellten Trichloräthylen-Pyridin-Stammlösung mit Pyridin. Die Verdünnungen sollen einen Gehalt von etwa 0,5—5,0 mg Trichloräthylen je Milliliter aufweisen. In ein Reagensglas (160 × 15 mm) mit flachem Boden und Schliffstopfen pipettiert man 1 ml Eichlösung, 4 ml Pyridin und 1 ml einer 1%igen äthylalkoholischen Kalilauge. Nach kurzem Durchmischen setzt man das lose verschlossene Rohr mit der Mischung genau 3 min lang in ein auf 70° C erwärmtes Wasserbad, kühlt danach 1 min in fließendem Wasser, verdünnt die Farblösung mit 6 ml Äthylalkohol und mißt die Lichtdurchlässigkeit (Angaben über die Wellenlänge oder das zu verwendende Filter fehlen). Die Dauer der Bestimmung vom Zeitpunkt des Mischens der Reagentien bis zum Ablesen des Meßwertes soll nicht mehr als 10 min betragen. Beim Leerversuch verwendet man an Stelle der Eichlösung 1 ml Pyridin. — Die *Probenahme* erfolgt, je nach dem Trichloräthylengehalt der Raumluft, mit Hilfe von 1—5-Literflaschen, die mit Bodentubus versehen sind. Durch Ausfließenlassen von Wasser durch den Tubus wird die zu untersuchende Luft angesaugt. Nach beendeter Probenahme verschließt man die Öffnungen der Flasche durch Gummistopfen mit Stanniolunterlage. Zur *Absorption* der in der Probeflasche befindlichen trichloräthylenhaltigen Luft saugt man diese mittels einer MARIOTTEschen Flasche bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 1 Liter je Stunde durch 2 hintereinandergeschaltete, mit je 5 ml Pyridin gefüllte und von Eis-Kochsalzmischung umgebene Absorptionsröhrchen. Diese Röhrchen sind nach Art einer Waschflasche konstruiert (115 × 15 mm, Waschflaschenaufsatz mit Schliff NS 19). Zur *Bestimmung* des Trichloräthylengehaltes gießt man nach beendeter Absorption den Inhalt beider Röhrchen zusammen, vermischt und pipettiert davon, je nach dem zu erwartenden Trichloräthylengehalt, 1—5 ml in ein Reagensrohr der angegebenen Ausführung. Bei Mengen unter 5 ml füllt man bis zum erforderlichen Volumen von 5 ml mit Pyridin auf. Die Durchführung der Farbreaktion und die photometrische Bestimmung, sowie auch das Ansetzen eines Leerversuchs erfolgen nach der für die Aufstellung der Eichkurve angegebenen Arbeitsvorschrift. — *Bestimmung von Trichloressigsäure im Harn.* Durch Verdünnen aliquoter Teile einer wäßrigen Trichloressigsäure-Stammlösung mit dest. Wasser stellt man Eichlösungen mit 0 bis etwa 1200 mg CCl_3COOH im Liter her. Zur Aufstellung der Eichkurven pipettiert man in ein Reagensrohr mit flachem Boden (160 × 21 mm) und Schliffstopfen 20 ml 25%ige Natronlauge, 5 ml

[1] Arch. Gewerbepathol. Gewerbehyg. **14**, 77—90 (1955). Bundesgesundheitsamt, Max von Pettenkofer-Inst., Berlin-Dahlem.

[2] S.-B. Abh. naturforsch. Ges. Rostock **6**, 33 (1914).

[3] Brit. J. industr. Med. **8**, 275 (1951); TRUHAUT, R.: Ann. pharmac. franç. **9**, 175 (1951); vgl. diese Z. **136**, 304 (1952).

[4] Occupat. Health **12**, 110 (1952).

Pyridin, 1 ml trichloressigsäurefreien Urin und 1 ml Eichlösung. Nach kurzem Schütteln bringt man das lose verschlossene Rohr mit dem Reaktionsgemisch in ein auf 70° C erhitztes Wasserbad. Hierauf kühlt man die Mischung 5 min in fließendem Wasser, trennt im Scheidetrichter die wäßrig-alkalische Schicht von der Farblösung, verdünnt diese mit 9 ml Äthylalkohol und filtriert schließlich durch ein trockenes Papierfilter (Sch. & Sch., Nr. 589). Mit dem klaren Filtrat führt man die photometrische Messung durch. Beim Leerversuch verwendet man an Stelle der Eichlösung 1 ml dest. Wasser. — Bei der Untersuchung von trichloressigsäurehaltigem Urin verfährt man in der angegebenen Weise, fügt aber dem Gemisch anstatt der Eichlösung ebenfalls 1 ml dest. Wasser hinzu. Auch hier setzt man bei jeder Versuchsreihe einen Leerversuch mit trichloressigsäurefreiem Urin an. Mit dieser Methode kann man noch etwa 1 mg Trichloressigsäure in 1 Liter Harn bestimmen. B. Schühlein

Um kleinste Ölmengen, z. B. in Form von Luftbeimengungen, zu bestimmen, oxydieren M. Steiner und H. Kawinski[1] mit saurer Dichromatlösung. Das gebildete Cr^{III} wird bei 585 mμ spektralphotometrisch ermittelt. Um eine Störung durch den violetten Hexaquochromkomplex zu vermeiden, wird die Lösung vor der Messung kurz aufgekocht und sofort wieder abgekühlt. Als Vergleichslösung dient eine Dichromatlösung gleicher Konzentration wie die zur Analyse verwendete, oder auch, wenn viel Cr^{III} vorliegt, Wasser. Die Empfindlichkeitsgrenze liegt bei 0,6 μg Cr/ml, der Fehler bei $\pm$ 0,6%. G. Denk

Über die Bestimmung kleiner Gehalte an Olefinen in Gasen berichten J. Janák und M. Rusek[2] in Zusammenhang mit ihren Arbeiten über die chromatographische Halbmikroanalyse der Gase[3]. Die Olefine werden zunächst in Quecksilberperchloratlösung absorbiert,[4] um sie von den beigemengten Gasen zu trennen. Die eigentliche Bestimmung der einzelnen Olefine nebeneinander erfolgt dann chromatographisch nach dem früher beschriebenen Verfahren[5]. Es gelingt so, Äthylen und seine Homologen selbst in Gehalten von nur 10^{-5} Vol-% zu erfassen. — *Ausführung.* Die Chromatographie wird auf einer Säule von Silicagel, Körnung B (7,0 mm ⌀, 220 mm Länge) bei der Geschwindigkeit 0,7 ml/sec des Trägergases und bei stufenweise gesteigerter Temperatur durchgeführt. Die Elution von Äthylen geschieht bei 20° C, die von Propylen und der Butylene bei 60—85° C[4]. Zur Absorption der Olefine aus Gasen mit weniger als 0,1% Olefingehalt dient der Apparat Abb. 1. Man beschickt die Absorptionsgefäße *A* und *B* (Höhe 250 mm, ⌀ 22 mm) mit 20 ml Absorptionslösung (s. unten) und 1—2 ml n-Butanol und kühlt das Lösungsgemisch auf —1° bis —5° C. Das zu analysierende Gas wird aus der Stahlflasche (1) durch das Rotameter (2) und das U-Rohr (3) mit einigen Tropfen mit n-Butanol übersättigtem Wasser in die Absorptionsgefäße geleitet. Die austretende Gasmenge wird mit einem üblichen Apparat (Gasuhr, Mariottesche Flasche) gemessen. Die beste Gasgeschwindigkeit ist 250—300 ml/min. Nach der Absorption gießt man die Flüssigkeit aus *B* in das Gefäß *A* und setzt aus den vereinigten Lösungen die Olefine in Freiheit, indem man aus dem Gefäß (8) 20 ml 2 m $MgCl_2$-Lösung in den

[1] Naturwissenschaften **42**, 344 (1955). Pharmakogn. Inst., Bonn.

[2] Chem. Listy **49**, 191—199 (1955) [Tschechisch]. Collect czechoslov. chem. Commun. **20**, 923—932 (1955). Inst. f. Naphthaforschung Brünn.

[3] Vgl. diese Z. **143**, 442 (1954).

[4] Young, R. E., H. K. Pratt and J. B. Biale: Analyt. Chemistry **24**, 551 (1952); vgl. diese Z. **139**, 229 (1953).

[5] Janák, J., u. M. Rusek: Chem. Listy **47**, 1190 (1953); Coll. czechoslov. Commun. **19**, 700 (1954); vgl. diese Z. **142**, 454 (1954).

Absorber fließen läßt, CO_2 auf dem Wege 4-5-6-7 durchleitet (Geschwindigkeit 1 ml/sec) und das Gefäß in ein Wasserbad von 60—80° C taucht. Die entwickelten Gase werden im Azotometer gesammelt und dann chromatographisch analysiert.

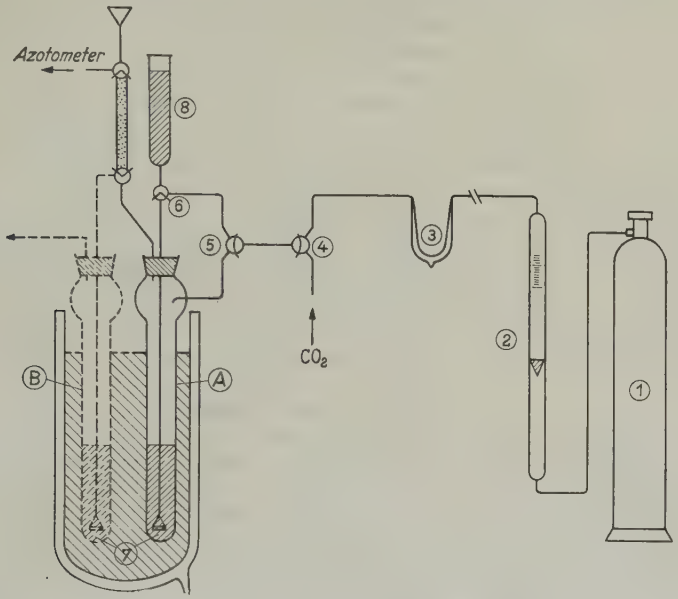


Abb. 1. Apparatur zur Bestimmung von Olefinen in Gasen nach JANÁK und RUSEK

Bei Olefingehalten über 0,1% kommt man mit 10—200 ml Probegas aus und kann dann einen Apparat verwenden, der an Stelle der Teile (1) bis (3) eine Gasbürette mit Quecksilber als Sperrflüssigkeit enthält. Außerdem enthält der Apparat eine Vorrichtung, die eine Zirkulation des Gases durch die Apparatur ermöglicht. — Die *Absorptionslösung* ist eine 0,25 n Lösung von Quecksilber(II)-perchlorat in 2 m Perchlorsäure. Man löst 54,2 g HgO in so viel Perchlorsäure, daß 201 g $HClO_4$ in 250 ml Lösung enthalten sind. A. KURTENACKER

Eine colorimetrische Bestimmungsmethode von Kohlenoxysulfid (COS) in Industriegas beschreiben L. A. PURSGLOVE und H. W. WAINWRIGHT[1]. Das Verfahren beruht auf der Hydrolyse von COS in wäßriger verdünnter Lauge und Ermittlung des Sulfids durch die Methylenblau-Methode nach A. E. SANDS, M. A. GRAFIUS, H.W. WAINWRIGHT und M. W. WILSON[2]. Das neue Verfahren besteht im wesentlichen in der besonderen Art der *Gasabsorption*, für die zwei Arbeitsweisen angegeben werden. Die Bestimmung wird von Schwefelkohlenstoff, Äthylmercaptan und Thiophen nicht gestört. Zur Ausführung benötigt man ein graduiertes Absorptionsgefäß, das in Abb. 2 (S. 450) wiedergegeben ist. *1. Methode*: Durch *B* leitet man das zu untersuchende Gas in das mit 0,1 n Kalilauge gefüllte und bei *A* mit einem Niveaugefäß verbundene Absorptionsgefäß. Nach Einleiten von 50 ml oder mehr, je nach zu erwartendem COS-Gehalt, verschließt man die Schläuche zu *A* und *B* mit Klemmen. Da das Gas unter leichtem Druck eingeleitet wurde, bringt man durch kurzes Öffnen der Klemme bei B auf Atmosphärendruck. Dann verbindet man den Schlauch von *B* mit *A*, entfernt

[1] Analyt. Chemistry **26**, 1835—1839 (1954). Bur. of Mines, Morgantown, W. Va.
[2] U.S. Bur. Mines, Rep. Invest. 4547 (1949), S. 17—19.

die Klemmen und schüttelt das Gefäß mechanisch 20 min lang; längeres Schütteln könnte bei gleichzeitig anwesendem Schwefelkohlenstoff zu Fehlern führen. Hierauf entleert man die Flüssigkeit, mißt ihr Volumen (das Gesamtvolumen des Gefäßes wurde schon vorher festgestellt) und unterwirft 50 ml der Lösung dem Methylenblau-Verfahren. Aus einer Eichkurve liest man den Sulfidschwefelgehalt ab. Die Lauge im Niveaugefäß wird nach 4—5 Probeentnahmen erneuert. — *2. Methode.* Das Absorptionsgefäß wird in das Gasleitungssystem eingeschaltet und mit dem Gas durchgespült. An beide Öffnungen setzt man Schläuche an, der an *A* soll etwa 5 cm, der an *B* so lang sein, daß *A* mit *B* verbunden werden kann. Wenn das Durchspülen beendet ist, verschließt man beide Schläuche mit Klemmen. In den Schlauch bei *A* führt man eine 50 ml-Pipette mit 0,1 n Kalilauge ein und öffnet die Klemme. Die Lauge fließt ein, zum Druckausgleich öffnet man häufig die Klemme bei *B*. Zweckmäßig verwendet man eine Spezialpipette mit großer Ausflußöffnung. Man entfernt die Pipette mit dem Schlauch und verbindet *A* mit dem *B*-Schlauch, nimmt die Klemme ab, schüttelt und verfährt wie bei der 1. Methode beschrieben. Bei dieser Methode werden mögliche Fehler infolge Verwendung des Niveaugefäßes vermieden. Die Ergebnisse sind recht gut reproduzierbar, die Werte bei der 2. Methode etwas niedriger. H. FREYTAG

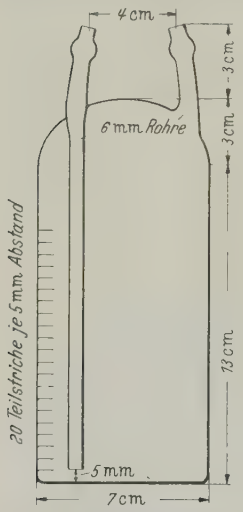


Abb. 2. Graduiertes Absorptionsgefäß zur COS-Bestimmung nach PURSGLOVE und WAINWRIGHT. Rohr links ist im Text mit A, Rohr rechts mit B bezeichnet

Wasser, Abwasser. *Über eine rasche und genaue photometrische Titration geringer Mengen Calcium* (0,1—400 ppm.) berichten L. ACONSKY und M. MORI[1]. Danach werden u. a. *Wasserproben zur Feststellung der Calciumhärte* mit einer Lösung von KomplexonIII (Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure) und Murexid als Indicator bei $p_H > 12{,}4$ titriert. Den Endpunkt ermittelt man photometrisch bei 610 mμ (Maximum der Absorption[2]). Ni^{II} und Co^{II} stören, während Fe^{III} und Al^{III} (< 15 ppm.), Cu^{II} (< 0,3 ppm.) und Mn^{II}, Zn^{II}, Mg^{II}, sowie SO_4^{2-}- und Cl^--Ionen die Bestimmung nicht beeinflussen. Der Störeffekt kann durch Zugabe geringer Mengen Na_2S beseitigt werden. — *Arbeitsweise.* 10 ml Wasserprobe werden in einer Küvette mit 1 ml 1 n Natronlauge und 0,3 g Murexidindicator (Mischung von 0,2 g Murexid mit 100 g NaCl) versetzt. Die rosa Lösung titriert man aus einer Mikrobürette mit KomplexonIII-lösung (2 g in 1 Liter Wasser) und mißt laufend die Absorption bei 610 mμ bis zum Maximum gegen dest. Wasser. Die Titrationslösung ist mindestens 1 Monat haltbar, Murexid dagegen nur im festen Salzgemisch (s. oben). Bei Standarduntersuchungen wurden in 10 ml 20 ppm. Calcium enthaltenden Lösungen 19,8 ppm. wiedergefunden; bei kleineren Gehalten (< 5 ppm.) ist der Fehler größer. H. SPECKER

Die Methoden der komplexometrischen Calcium- und Magnesiumbestimmungen in Mineralwässern hat K.-E. QUENTIN[3] einer kritischen Prüfung unterzogen. Die

[1] Analyt. Chemistry **27**, 1001 (1955). 406th Medical General Laboratory, Tokyo.

[2] Vgl. F. W. FALES, J. biol. Chemistry **204**, 577 (1953); N. J. POULIE, Chem. Weekbl. **1954**, 698; vgl. diese Z. **148**, 50 (1955).

[3] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **102**, 106—117 (1955). Balneolog. Inst. Univ. München.

Arbeit enthält über 100 Literaturzitate, die dieMurexid- und Eriochromschwarz T-Indicatorlösungen und -mischungen, Komplexon-, Puffer- und Standardlösungen, die ferner die Arbeitsbedingungen bei der maßanalytischen Calcium- und Magnesiumbestimmung und die Störungen und deren Beseitigung betreffen. Der Verf. gibt eine Arbeitsvorschrift für die Calcium- und Magnesiumbestimmung in Mineralwässern, die bei einem Zeitbedarf von 1 Std mit einer Genauigkeit von $\pm$ 0,3% arbeiten soll. Störende Schwermetalle entfernt man vor der Titration durch Extraktion mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat und Chloroform.

Zur colorimetrischen Mikrobestimmung von Bor in Wässern, Pflanzen, Erzen, Metallen usw. sind nach H. Kawaguchi[1] die acidimetrischen Verfahren wegen der durch die Kohlensäure bedingten Störungen nicht geeignet. Der Verf. empfiehlt deshalb die colorimetrische Bestimmung auf Grund der Reaktion mit Carmin in konz. Schwefelsäure. Die Reaktion wird in dem Destillat durchgeführt, das man bei der üblichen Destillation mit Methylalkohol in einer Quarzapparatur erhält. 0—8 μg Bor im Milliliter sind so durch photometrische Messung gegen eine Vergleichslösung bestimmbar. NO_3^-, F^- und Cu^{++} stören die Farbentwicklung, während NO_2^-, Cl^-, PO_4^{3-}, NH_4^+, Ca^{++}, Mg^{++}, Fe^{3+} und Na^+ ohne Einfluß auf die Rotfärbung sind. K. Brodersen

Zur colorimetrischen Bestimmung kleiner Thoriummengen in natürlichem Wasser verwenden M. Ishibashi und S. Higashi[2] die *2-(o-Arsonophenylazo)-chromotropsäure* und erhalten gute Ergebnisse bei Kombination der Mitfällung des Thoriums als Hydroxyd mit Aluminium als Sammler und der Extraktion des Thoriums als Nitrat mit Hilfe von Cyclohexanon. F. Schärtl

Die Bedeutung der Bestimmung des organischen Phosphors in Seewasser ist Gegenstand einer Betrachtung von B. H. Ketchum, N. Corwin und D. J. Keen[3]. Für den Analytiker dürften folgende Ausführungen von Interesse sein: Org. Phosphor wird als Differenz zwischen dem Gesamtphosphor- und dem anorg. Phosphorgehalt bestimmt, wobei der erstere auch nach längerer Lagerzeit (bis zu 2 Jahren) der Proben bestimmt werden kann, während die Bestimmung des anorg. Phosphorgehaltes nach der Probenahme so schnell wie möglich durchgeführt werden muß. Der Gesamtphosphorgehalt wird nach Ansicht der Verff. am besten nach der Molybdänblaumethode von H. W. Harvey[4] bestimmt, die Standardabweichung beträgt etwa $\pm$ 5%. Anorg. Phosphor wird nach der von H. Wattenberg[5], W. S. Wooster und N. W. Rakestraw[6] sowie R. J. Robinson und T. G. Thompson[7] beschriebenen Methode ebenfalls colorimetrisch bestimmt, wobei die Eichung durch Zusatz von anorg. Phosphor zu Seewasser mit bekanntem kleinen Gehalt an anorg. Phosphor durchgeführt wird. Die Genauigkeit der Bestimmung des gelösten org. Phosphors ist selbstverständlich abhängig von der Genauigkeit der beiden Methoden zur Bestimmung des ges. und anorg. Phosphorgehaltes. Statistische Auswertungen ergaben, daß, wenn die Differenz nicht mehr als 10% beträgt, sie

[1] Jap. Analyst **4**, 307—310 (1955) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.). Nagoya Univ. (Japan).

[2] Jap. Analyst **4**, 14—16 (1955) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.). Univ. Kyoto (Japan).

[3] Deep-Sea Res. **2**, 172—181 (1955). Woods Hole Oceanographic Inst., Wash., D. C. (USA).

[4] J. Marine biol. Assoc. United Kingdom **27**, 337 (1948).

[5] J. Cons. permanent int. Explorat Mer, Rapp. et Proc. Verb. **103**, 1 (1937).

[6] J. Mar. Res. **10**, 91 (1951).

[7] J. Mar. Res. **7**, 33 (1948).

als unbedeutend angesehen werden muß. Fast ein Drittel der sich ergebenden Differenzwerte können außerhalb der ± 10%, etwa 5% außerhalb der ± 20% Grenze liegen, obwohl kein org. Phosphor vorliegt. Innerhalb dieser Grenzen sind also negative Differenzen genau so häufig wie positive. Vorhandenes Arsen (als Arsenat) wird bei der Bestimmung des anorg. Phosphors mit erfaßt, dagegen nicht bei der Ges.-Phosphorbestimmung; diese Fehlerquelle bei der org. Phosphorbestimmung wird jedoch als klein angesehen. H. Schmidt, Wiesbaden

Kleine Mengen Selen in natürlichen Wässern (und in der Luft) können nach R. Červenka und M. Korbová[1] in verdünnter bromwasserstoffsaurer Lösung *polarographisch* bestimmt werden. In dieser Lösung ergeben sich wohldefinierte polarographische Stufen, deren Höhe im Bereich von 5—100 μg Se/10 ml Endlösung der Selenkonzentration proportional ist. Das Halbstufenpotential verschiebt sich mit steigender Selenkonzentration etwas gegen negativere Werte, etwa von —0,50 zu —0,56 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen), ohne daß dies die analytische Bestimmung stört. Gelatinezusatz ist bei der Bestimmung nicht notwendig. Die in Wässern vorhandenen Ionen (Fe^{3+}, Mg^{2+}, Ca^{2+}, NO_3^- usw.) stören nicht, weil sie im Laufe der Vorbereitung der Probe entfernt werden. Außerdem wird zur Herstellung der Eichkurven nicht dest. Wasser sondern selenfreies Wasser von ähnlicher Zusammensetzung wie das zu untersuchende verwendet. Das Verfahren gestattet noch die Bestimmung von 5 μg Selen im Liter. — *Ausführung.* Man versetzt 100—500 ml des zu untersuchenden Wassers mit genügend Natriumperoxyd um etwas mehr als p_H 9 zu erreichen, gibt einige Milliliter Bromwasser zu, engt auf etwa 50 ml ein und läßt abkühlen. Selenverluste beim Eindampfen sind nicht zu befürchten, weil das gesamte Selen in die 6wertige Stufe übergeführt ist. Man versetzt nun mit 25 ml konz. Salzsäure, sättigt bei Raumtemperatur mit SO_2, fügt 1 ml 5%ige $NH_2OH \cdot HCl$-Lösung zu und erwärmt im bedeckten Gefäß 30 min auf dem Wasserbad. Nach raschem Abkühlen in Eis läßt man über Nacht im Eisschrank stehen. Der Niederschlag wird hierauf in einen Filtertiegel (G 4) filtriert, mit dest. Wasser gewaschen und dann im Filtertiegel in genau 5 ml einer auf 60° C erwärmten Brom-Bromwasserstofflösung gelöst [5 ml Bromwasserstoffsäure (D 1,38) + 10 ml Bromwasser, mit Wasser auf 100 ml verdünnt]. Man wäscht mit genau 5 ml dest. Wasser nach und entfernt das Brom aus der Lösung, indem man CO_2 bis zum Verschwinden der Gelbfärbung durchleitet. Hierauf polarographiert man in CO_2-Atmosphäre von 400—650 mV (gesätt. Kalomelelektrode). Die Empfindlichkeit wird nach der Selenmenge gewählt. Bei mehr als 100 μg Se in 10 ml verdünnt man mit einem 1:1-Gemisch von Brom-Bromwasserstoffsäure und Wasser. — Die Brauchbarkeit der Methode wurde durch zahlreiche Analysen von Betriebs- und Abwässern erwiesen. Man kann das Verfahren auch zur *Selenbestimmung in der Luft* benutzen, die man unmittelbar in die Na_2O_2-Lösung einleitet. Die Weiterbehandlung der Lösung erfolgt wie angegeben.

Für die Bestimmung der Naphthensäuren in Wässern und in Mineralöl schlagen M. Nedorost und V. Šimánek[2] *ein turbidimetrisches Verfahren* vor, das auf der Messung der beim Ansäuern der alkalischen Lösung auftretenden Trübung beruht. Da die Intensität der Trübung von der Acidität der Lösung, von der Zeit nach Zusatz der Mineralsäure und der Temperatur abhängt, müssen diese Faktoren bei den Bestimmungen gleichgehalten werden. Einen großen Einfluß hat auch das Molekulargewicht der Naphthensäuren auf die Intensität der Trübung. Um den wahren Gehalt an den Naphthensäuren festzustellen, sollte man also die Eichkurven

[1] Chem. Listy **49**, 1158—1161 (1955) [Tschechisch]. Hygiene-Institut Prag.
[2] Chem. Listy **49**, 1188—1192 (1955) [Tschechisch]. Inst. f. Naphthaforsch. Brünn.

mit Naphthensäuren aufstellen, die das gleiche Molekulargewicht oder wenigstens ein ähnliches Molekulargewicht besitzen wie die Säuren in der zu analysierenden Probe. In der Praxis bei Serienuntersuchungen genügt aber meistens die Kenntnis der relativen Mengen der Naphthensäuren, die man aus Eichkurven erfährt, die mit Naphthensäuren mittleren Molekulargewichtes gewonnen werden. — *Bestimmung in Naphthawässern oder Abwässern der Mineralölraffinerien.* Man bringt eine gemessene Menge des zu untersuchenden Wassers bei 15—20° C mit 0,1 n oder 1 n Salzsäure auf p_H 1—2,5 und mißt die entstandene Trübung nach genau 5 min im Universalcolorimeter nach Lange (ohne Filter) oder im Pulrich-Photometer gegen dest. Wasser als Vergleichsflüssigkeit. Phenole stören nicht. — *Bestimmung in Mineralölen.* Man versetzt 100 g der zu analysierenden Probe in einem mit Rührer versehenen, heizbaren Extraktionsgefäß (Abb. im Original) mit 50 ml 1 n KOH-Lösung und erwärmt unter Rühren auf 60° C. Nach 10 min Verseifungsdauer läßt man die wäßrige Schicht in einen Meßkolben ab und wiederholt die Verseifung mit weiteren je 50 ml 1 n Lauge noch zweimal. Die vereinigten alkalischen Extrakte werden auf ein bestimmtes Volumen aufgefüllt; aliquote Teile werden wie oben untersucht. Bei größeren Gehalten an Naphthensäuren (über 0,1%) erfolgt die Schichtentrennung nach dem Verseifen schlecht. In diesen Fällen ist es vorteilhaft, mit alkoholischer KOH-Lösung (30—40% Äthanolgehalt) zu verseifen. Vor dem Ansäuern muß dann der Alkohol aus der alkalischen Lösung abdestilliert werden; ein Rest von etwa 5% Alkohol ist aber bedeutungslos. Die meist nicht ganz klare Lösung wird filtriert und dann erst angesäuert.

A. Kurtenacker

Zum Nachweis der Verunreinigung von Oberflächenwasser mit Abwässern aus Erdölraffinerien verwenden A. A. Rosen und F. M. Middleton[1] die *Ultrarotspektren* der aus dem Wasser abgetrennten aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstofffraktionen. In drei verschiedenen Proben von Oberflächenwässern weisen Verff. die genannten Verunreinigungen nach durch Vergleich der entsprechenden Ultrarotspektren mit Standardspektren, die aus fünf verschiedenen Raffinerieabwässern gewonnen wurden. Die Spektren der Kohlenwasserstoffe aus anderen Arten von Abwässern und die dadurch möglicherweise verursachten Störungen der Methode wurden jedoch nicht untersucht, so daß die erhaltenen Befunde nur eine wahrscheinliche Annahme und keinen endgültigen Beweis darstellen. — *Arbeitsweise.* Man läßt das Wasser zur Abtrennung der organischen Substanzen[2] durch ein Aktivkohlefilter laufen, dem man bei trüben Wässern noch ein Sand- und Kiesfilter vorschaltet. Die Kohle trocknet man, extrahiert sie mit Diäthyläther, engt den Extrakt bis auf 25 ml ein und läßt nach Zusatz von wasserfreiem Natriumsulfat 48 Std stehen. Nach Filtration und Waschen des Rückstandes mit 4mal 5 ml Äther engt man wieder auf 25 ml ein, extrahiert mit 4mal 10 ml 5%iger Salzsäure, die 20% NaCl enthält, trennt die ätherische Schicht ab und extrahiert sie mit 4mal 10 ml 5%iger Natronlauge, die ebenfalls 20% NaCl enthält. (Emulsionsbildung kann durch einen Tropfen Äthanol oder etwas mehr Wasser verhindert werden.) Die sich dann ergebende ätherische Schicht trocknet man mit wasserfreiem Natriumsulfat, verdampft den Äther und trennt aus dem Rückstand (neutrale Fraktion) mit Hilfe von Silicagel störende sauerstoffhaltige Verbindungen ab, indem man nicht mehr als 1,5 g davon in 4 ml Isooctan (2,2,4-Trimethylpentan)

---

[1] Analyt. Chemistry 27, 790—794 (1955). Pub. Health Serv. Cincinnati, Ohio (USA).

[2] Braus, H., F. M. Middleton and G. Walton: Analyt. Chemistry 23, 1160 (1951); Ruchhoft, C. C., F. M. Middleton, H. Braus and A. A. Rosen: Ind. Engng. Chem. 46, 284 (1954); siehe auch Braus, H., F. M. Middleton and C. C. Ruchhoft: Analyt. Chemistry 24, 1872 (1952); vgl. diese Z. 141, 292 (1954).

löst und auf eine Silicagelsäule (10 cm Höhe und 19 mm ⌀, 18 g Silicagel) gibt, die man vorher mit 17 ml Isooctan angefeuchtet hat. Sodann eluiert man nacheinander mit jeweils 85 ml Isooctan, Benzol und Chloroform-Methanolgemisch (1:1) die aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffe sowie die Sauerstoffverbindungen. Wenn die neutrale Fraktion Substanzen enthält, die nicht in Isooctan löslich sind, verwendet man stattdessen Benzol zum Lösen und auch zum Eluieren. Man erhält dann ein Eluat, das aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe zusammen enthält und das mit Hilfe des üblichen chromatographischen Verfahrens getrennt werden muß. Die Lösungen der aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffe engt man auf etwa 5 ml ein, entfernt das Lösungsmittel (30—50 mm Hg; 50° C; 1,5 Std) und nimmt die Ultrarotspektren auf.

Bei der Bestimmung des Sauerstoffverbrauchs (Permanganatverbrauchs) von Abwässern durch Zugabe einer bekannten Menge schwefelsaurer $KMnO_4$-Lösung (und jodometrischer Feststellung des Überschusses nach 4 Std Einwirkungsdauer bei 26,7° C[1]) werden bei Anwesenheit von Chloriden zu hohe Werte erhalten. Nach Untersuchungen von R. F. Roberts[2] wird diese Störung wahrscheinlich durch Reaktion des Chlors mit gewissen organischen Substanzen verursacht und nicht durch Verluste von Chlor, weshalb auch die Verwendung einer geschlossenen Ampulle mit KJ-Lösung (die nach beendeter Einwirkungszeit durch heftiges Schütteln des geschlossenen Reaktionsgefäßes zerbrochen wird und dadurch dessen Öffnen unnötig macht[3]) keine Verbesserung brachte. Dagegen konnte Verf. die Wirkung des Chlorids auf einen unbedeutenden Betrag herabsetzen, indem er verd. Phosphorsäure (1:3) an Stelle der verd. Schwefelsäure (1:3)[1] verwandte. Bei Abwesenheit von Chlorid wurden mit beiden Säuren die gleichen Werte erhalten. F. Schärtl

Die Bestimmung von anionaktiven Waschmitteln im Abwasser nach der Methylenblaumethode von P. N. Degens, H. C. Evans, J. D. Kommer und P. A. Winsor[4] ergibt bei Gegenwart von festen organischen Stoffen (Hausabwasser), Thiocyanaten und anorganischen Salzen (z. B. Meerwasser) fehlerhaft zu hohe Werte. Nach J. Longwell und W. D. Maniece[5] erhält man auch in diesen Fällen richtige Werte, wenn man die waschaktive Substanz statt aus dem angesäuerten aus dem schwach alkalisch gemachten Abwasser extrahiert. Hierbei störende Sulfide werden vorher mit Wasserstoffperoxyd beseitigt. Als Standardsubstanz für die quantitative Auswertung wird Natriumdioctylsulfosuccinat (Manoxol O.T.) vorgeschlagen. — *Ausführung.* Das Abwasservolumen bemißt man möglichst so, daß darin 20—150 μg anionaktive Substanz enthalten sind, verdünnt mit dest. Wasser auf 100 ml, fügt 10 ml alkalische Phosphatlösung (10 g Dinatriumhydrogenphosphat, wasserfrei, im Liter und Natronlauge bis p_H 10), 5 ml neutrale Methylenblaulösung (0,35 g Methylenblau in 1 Liter dest. Wasser) und 15 ml Chloroform hinzu, schüttelt nicht zu heftig 1 min, trennt die Chloroformschicht ab und schüttelt sie mit 110 ml dest. Wasser und 5 ml saurer Methylenblaulösung (0,35 g Methylenblau und 6,5 ml konz. Schwefelsäure im Liter) durch. Die alkalische Abwasserprobe schüttelt man noch zweimal mit je 10 ml Chloroform aus und diese Extrakte wie die ersten

[1] Ministry of Health: Methods of Chemical Analysis as Applied to Sewage and Sewage Effluents, S. 28. H. M. Stationery Office 1929.

[2] Analyst (London) **80**, 517—519 (1955). Imp. Chem. Ind. Ltd., Winsford (Engl.).

[3] Thresh, J. C., J. F. Beale and E. V. Suckling: The Examination of Waters and Water Supplies, 6. Ed., S. 238. Churchill Ltd. London 1949.

[4] J. appl. Chem. **3**, 54 (1953).

[5] Analyst (London) **80**, 167—171 (1955). Government Labor., London W.C. 2.

15 ml mit saurer Methylenblaulösung. Alle drei Chloroformanteile vereinigt man, verdünnt mit weiterem Chloroform auf 50 ml und mißt die Absorption bei 650 mμ. — Sulfide zerstört man vor der ersten Methylenblauzugabe, indem man nach dem Hinzufügen der alkalischen Phosphatlösung mit 2 ml 20%igem Wasserstoffperoxyd versetzt, 5 min wartet und wie beschrieben fortfährt. F. NEUMANN

Photometrische Betriebsschnellanalysen. W. NIELSCH[1] zeigt an praktischen Beispielen, daß man auf photometrischem Wege in wenigen Minuten Teil- oder Vollanalysen von Metallegierungen ausführen kann, vorausgesetzt, daß genau ausgearbeitete Durchführungsvorschriften vorliegen und der Arbeitsplatz zweckdienlich eingerichtet ist. Als Beispiele werden beschrieben *die Bestimmung von Eisenspuren nach dem o-Phenanthrolin-Nitrobenzol-Ausschüttelungsverfahren, die Nickelbestimmung nach dem Dimethylglyoxim-Chloroform-Ausschüttelungsverfahren, die Aluminiumbestimmung durch Ausschütteln mit 8-Oxychinolin-Brombenzol, die Bestimmung von Eisen, Mangan und Kupfer in Kupferlegierungen und die Tellurbestimmung in Kupfer-Tellur-Legierungen*[2]. Die Arbeitsmethodik photometrischer Schnellverfahren, die zugehörigen praktischen Hilfsmittel, die Genauigkeit der Bestimmungen werden eingehend erörtert. H. KURTENACKER

Zur spektralphotometrischen Bestimmung mittlerer und hoher Kupfergehalte in Legierungen, Erzen usw. ist nach D. G. DAVIS jr. und H. M. HERSHENSON[3] das im nahen Ultrarot (940 mμ) gelegene Absorptionsband des gelbgrünen, komplexen Chlorocuprat-Ions — $[CuCl_4]^{2-}$ — geeignet. Die Höhe der bei 940 mμ gemessenen Extinktion nimmt mit steigender Chlorid-Ionenkonzentration zu, wird aber von der Wasserstoff-Ionenaktivität in 1—6 molarer Säure nur wenig beeinflußt. Die Extinktion erreicht unmittelbar nach Reagenszugabe einen über mindestens 24 Std stabilen Endwert. Zur Cu-Bestimmung arbeitet man in halbkonzentrierter Salzsäure (1:1). Dabei ist das BEERsche Gesetz im Konzentrationsbereich von 50 bis 1000 ppm. Cu erfüllt. Der optimale Meßbereich liegt bei 100—600 ppm. Cu. Unter den genannten Bedingungen verursachen 5—67fache Überschüsse von Ba^{2+}, Al^{3+}, Ni^{2+}, Pb^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Cr^{3+}, Sn^{4+}, Ca^{2+}, Sr^{2+}, Cd^{2+} oder ein 260facher Überschuß von Hg^{2+} Fehler von maximal 3%. Auch $K_3[Fe(CN)_6]$, $K_4[Fe(CN)_6]$, $KMnO_4$ und Zinkuranylnitrat absorbieren geringfügig im gleichen Spektralbereich. Dagegen stören Fe^{2+} und Sn^{2+} infolge Reduktion des Kupfers zu Cu^{1+}; man schaltet die Störung leicht durch Oxydation beider Ionen mit Ammoniumpersulfat aus. Zur Cu-Bestimmung dampft man den salpetersauren Probenaufschluß zur Trockne, nimmt mit Salzsäure (1:1) auf und mißt die Extinktion bei 940 mμ. Das Verfahren ist mit Analysen von Al-Legierungen, Messing, Bronze und Erzen belegt. Die Verff. benutzen für ihre optischen Messungen ein Beckman-Spektralphotometer, Modell B, und 1 cm-Küvetten. H. SPECKER

Zur schnellen und direkten polarographischen Bestimmung von Blei in Beryllium verwendet R. W. BANE[4] folgende Methode: 2 g Berylliummetall werden

[1] Z. Erzbergbau Metallhüttenwes. 8, 369—377 (1955). Riedel-de Haën A.-G., Seelze/Hannover.

[2] Siehe dazu u. a. W. NIELSCH (u. Mitarb.), diese Z. **140**, 267 (1953); **141**, 21, 247 (1954); **142**, 30, 321, 329, 406 (1954); **143**, 1, 13, 81, 161, 168, 264, 272 (1954); **144**, 191, 401 (1955); **145**, 347, 380 (1955); vgl. auch diese Z. **144**, 212 (1955); **147**, 365 (1955).

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 150—153 (1955). Wesleyan University, Middletown, Conn. (USA).

[4] Analyt. Chemistry **27**, 1022—1024 (1955). Argonne National. Lab., Lemont, Ill.

in 30 ml konz. Salzsäure (langsame Zugabe!) gelöst, auf 100 ml aufgefüllt, 10 bis 15 min mit Stickstoff durchperlt und polarographiert. In 2,2 m Berylliumchloridlösung liegt das Halbstufenpotential für Blei bei —0,46 V gegen die gesättigte Kalomelelektrode, doch muß die hohe Leitsalzkonzentration sorgfältig konstant gehalten werden, da die Stufenhöhe hiervon merklich abhängt. Auch der Salzsäuregehalt wirkt sich in gleicher Weise aus. Für die oben angegebenen Verhältnisse ist die Stufenhöhe im Bereich von 150—800 ppm. Blei der Konzentration proportional. Geringe Cd- und Zn-Gehalte sind im gleichen Polarogramm analysierbar. Der Fehler liegt unter 10%. K. Cruse

Die Trennung und komplexometrische Bestimmung von Kupfer und Aluminium in Legierungen beschreibt A. M. Amin[1]. Zur Abtrennung des Kupfers verwendet Verf. die Fällung mit Thioacetamid aus weinsaurer Lösung, wobei Aluminium als Tartratkomplex in Lösung bleibt. — *Arbeitsweise.* 0,05—0,10 g der Probe löst man in 1 ml konz. Salpetersäure und 2 ml konz. Salzsäure, wobei man auf dem Wasserbad erwärmt und darauf achtet, daß die Lösung nicht eintrocknet. Sodann gibt man Wasser zu, verdampft bis zum Entweichen brauner Dämpfe, verdünnt mit 10 ml Wasser und füllt im Meßkolben auf 50 ml auf. Zu einem aliquoten Teil von 10 ml gibt man ungefähr 0,2 g Weinsäure oder Seignettesalz, 2 ml Pufferlösung (13,5 g NH_4Cl + 88 ml konz. Ammoniak + 250 ml Wasser) und etwa 10 ml Thioacetamidlösung (2 g in 100 ml Wasser), erhitzt etwa 5 min auf dem Wasserbad, filtriert durch einen Glasfiltertiegel und wäscht den Kupfersulfidrückstand mit wenig Wasser aus. Zur *Kupferbestimmung* löst man den Niederschlag in einigen Tropfen heißer verd. Salpetersäure, verdampft den größten Teil der überschüssigen Säure, verdünnt mit 10 ml Wasser, versetzt tropfenweise mit Pufferlösung, bis sich ein gebildeter Niederschlag wieder löst, und gibt noch 2 Tropfen mehr hinzu. (Ein großer Überschuß an Ammoniak soll vermieden werden.) Sodann verdünnt man die Lösung, gibt 0,2—0,4 mg Murexidindicatorpulver (1 Teil Farbstoff + 400 Teile NaCl) zu und titriert die gelbe Lösung langsam mit 0,01 m Komplexonlösung bis zur bleibenden purpurroten Farbe und dem vollständigen Verschwinden der orangeroten Färbung[2]. — Zur *Bestimmung des Aluminiums* gibt man zum Filtrat der Kupfersulfidfällung sehr langsam Salpetersäure (oder besser Kaliumpersulfat) zu und kocht, bis die Lösung klar wird. Dann fügt man eine bekannte, überschüssige Menge an 0,01 m KomplexonIII-lösung zu und so lange 1 ml-Anteile der Pufferlösung, bis die Flüssigkeit ammoniakalisch ist. Nach Zusatz von 0,4 mg Eriochromschwarz T-Indicatorpulver titriert man den Komplexonüberschuß sehr schnell mit 0,01 m Zinksulfatlösung[3] bis zum Farbumschlag nach Violett zurück. Die Bestimmung des Aluminiums kann nach Zerstörung des im Filtrat noch vorhandenen Thioacetamids ebenso gut auch durch Rücktitration des Komplexonüberschusses mit Thoriumnitratlösung[4] erfolgen. — Soll nur der Kupfergehalt der Probe bestimmt werden, so kann direkt ohne vorherige Abtrennung des Aluminiums mit KomplexonIII-lösung gegen Murexid titriert werden, da das Al nicht stört[3]. Bei Metallmengen von weniger als 100 μg verwendet man vorteilhaft eine Mikrobürette.

F. Schärtl

---

[1] Chemist-Analyst **44**, 66—68 (1955). Univ. Cairo (Ägypten).

[2] Amin, A. M.: Chemist-Analyst **44**, 17 (1955); vgl. diese Z. **148**, 199 (1955).

[3] Schwarzenbach, G., u. H. Flaschka: Komplexone, S. 25. Fa. Siegfried, Zofingen, Schweiz, 1953.

[4] Flaschka, H., K. ter Haar u. J. Bazen: Mikrochim. Acta **1953**, 345; vgl. diese Z. **143**, 216 (1954).

Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoff in Metallen durch Hochfrequenzverbrennung. E. L. Simons, J. E. Fagel jr., E. W. Balis und L. P. Pepkowitz[1] verbessern weiter die Methode zur Bestimmung von Kohlenstoff in Metallen[2] mit der Apparatur von Lindberg, so daß die Schwankungen nur noch 0,005% C betragen. Bei dem Verfahren wird der Kohlenstoff durch Hochfrequenzheizung mit etwa 500 ml Sauerstoff zu CO_2 verbrannt. Die Bestimmung des gebildeten Kohlendioxyds erfolgt volumetrisch durch Messen der Gasmenge vor und nach der Absorption des Kohlendioxyds in Kalilauge. Beide Gasvolumina betragen ungefähr 500 ml. Die Messungen müssen daher sehr genau ausgeführt werden, um brauchbare Differenzwerte zu erhalten. Als Verbesserungen werden vorgeschlagen: Die Temperatur wird mit einem Thermometer, welches in die Gasbürette hineinragt und in 0,1° K unterteilt ist, unmittelbar nach jeder Messung des Gasvolumens abgelesen. Um Schwankungen des Atmosphärendrucks zu kompensieren, wird das Barometer ebenfalls nach jeder Messung abgelesen. Auch Temperaturänderungen müssen dabei berücksichtigt werden. Druckschwankungen innerhalb der Apparatur werden durch Anbringung geeigneter Hähne ausgeschaltet. Als Sperrflüssigkeit dient eine 20%ige Lösung von Na_2SO_4, in der Kohlendioxyd und Sauerstoff sehr wenig löslich sind. — Die Berechnung der Analysen erfolgt nach den bekannten Gleichungen der Gasgesetze. G. Denk

Die Phosphorbestimmung in Aluminium und Aluminiumoxyd mittels Aktivierungsanalyse beschreiben L. M. Foster und C. D. Gaitanis[3] und geben die folgende *Arbeitsvorschrift;* Die Proben (Al-Metall in Gestalt von Drehspänen oder Streifen dünner Folien) und Standards ($NH_4H_2PO_4$) werden in den üblichen Bestrahlungsdosen aus Al-Metall 1 Woche lang im Reaktor bestrahlt, wobei Reaktoröffnungen mit hohem Fluß an thermischen, aber möglichst kleinem Fluß von schnellen Neutronen benutzt werden. Anschließend wird die durch $^{31}P\ (n, \gamma)\ ^{32}P$ gebildete ^{32}P-Aktivität abgetrennt und gemessen. Der Vergleich der unbekannten Proben mit dem Standard ergibt den zu bestimmenden P-Gehalt. 10^{-3} bis 10^{-4}% P sind mit 5% Genauigkeit erfaßbar. Die Erfassungsgrenze beträgt $5 \cdot 10^{-7}$% P. a) *Al_2O_3-Proben.* 1 g der bestrahlten Probe, 0,013 g inaktives $NH_4H_2PO_4$ und 6 g Borax-Carbonat-Aufschlußgemisch werden in einem Pt-Tiegel mindestens 30 min lang vor dem Gebläse geschmolzen, abgekühlt und in verdünnter Salpetersäure gelöst. Standards stellt man in der Weise her, daß man 1 g inaktives Al_2O_3 in gleicher Weise mit Borax-Carbonatgemisch aufschließt und zu der Lösung des Aufschlusses in HNO_3 eine gewogene Menge aktives $NH_4H_2PO_4$ zufügt. Die erhaltenen HNO_3-Lösungen versetzt man mit $KMnO_4$, um allen Phosphor in fünfwertige Form überzuführen und fällt mit Ammoniummolybdat-Citratlösung nach bekannten Verfahren. Das Ammoniumphosphomolybdat wird getrocknet, gewogen und gezählt; es kann auch gelöst werden, das Phosphat als $MgNH_4PO_4$ gefällt, zu $Mg_2P_2O_7$ verglüht und abermals gemessen werden. b) *Legierungsproben.* Man löst 2 g der bestrahlten Metallprobe, 0,25 g $Hg_2(NO_3)_2$ und 0,013 g $NH_4H_2PO_4$ in 100 ml Salpetersäure (1:1), dampft die Hauptmenge HNO_3 ab, leitet H_2S ein, filtriert ab und kocht auf. Nach Einstellen auf geeignete Acidität fällt man einen Teil zweimal, den Rest einmal als Ammoniumphosphomolybdat und bestimmt die Aktivität. Die *Aktivitätsmessung* erfolgt in Al-Zählschalen mit halogengefülltem Endfensterzähler und Al-Filter von 75 mg/cm². F. Weigel

[1] Analyt. Chemistry **27**, 1119–1122 (1955). General Electric Co., Schenectady, N.Y.

[2] Pepkowitz, L. P., and P. Chebiniak: Analyt. Chemistry **24**, 889 (1952); vgl. diese Z. **139**, 236 (1953).

[3] Analyt. Chemistry **27**, 1342—1344 (1955). Aluminium Res. Labs., New Kensington, Pa. (USA).

Antimonbestimmung in Lagermetall. Löst man die Probe in Schwefelsäure, die mit etwas Salpetersäure verunreinigt ist, so ergeben sich beim folgenden Titrieren mit Bromat zu niedrige Resultate, da ein Teil des Antimons bereits fünfwertig in Lösung geht. Nach L. Bloch[1] wird der Fehler vermieden, wenn man die Säure von vornherein etwas mit Wasser verdünnt. Dann entweichen die Stickoxyde beim Kochen und die Auflösung des Antimons vollzieht sich wie in reiner Schwefelsäure.
H. Kurtenacker

Um Sauerstoff in Metallen ohne Verwendung von Hochvakuum zu bestimmen, bringt W. G. Smiley[2] die Probe in geschmolzenes Platin (1800° C), welches sich wegen seiner geringen Flüchtigkeit besonders gut eignet. Der Sauerstoff der Metallprobe bildet mit dem Graphittiegel, in dem sich die Schmelze befindet, CO. Das Kohlenoxyd wird bei Atmosphärendruck von einem Strom von Argon, welches über Magnesiumperchlorat getrocknet wurde, zunächst über Glaswolle und wieder $Mg(ClO_4)_2$ und anschließend über ein Oxydationsmittel (siehe unten) geführt, welches CO zu CO_2 oxydiert. Das Kohlendioxyd wird in einer capillaren Kühlfalle (Bohrung 1 mm), die mit flüssigem N_2 gekühlt ist, kondensiert und anschließend durch Erwärmen wieder vergast. Aus dem an einem Capillarmanometer abgelesenen Gasdruck kann die Menge CO_2, nachdem die Apparatur geeicht ist, berechnet werden. Eine Blindprobe ist bei Beginn der Serienanalysen durchzuführen. Die Bestimmung bei der noch 0,3 μg Sauerstoff erfaßt werden können, dauert etwa 12 min. — Gute Werte wurden für Eisen, Aluminium und Thorium, weniger gute für Titan erhalten. — Um das Oxydationsmittel darzustellen, sättigt man Silicagel mit einer Lösung von Jodsäure, trocknet, befeuchtet mit Schwefelsäure und erhitzt in einem trocknen Luftstrom unter vermindertem Druck ($\sim$ 1 mm) auf 220° C, bis die Substanz goldgelb geworden ist. Das Präparat ist vor Feuchtigkeit zu schützen. G. Denk

Über eine neue photometrische Methode zur Cadmium-Bestimmung in Kupferlegierungen nach vorheriger Abtrennung des Cadmiums als Sulfid berichten W. Nielsch und G. Böltz[3]. Das Cadmium wird in der Cu-freien Lösung mit 4-Oxy-3-nitrophenylarsonsäure gefällt, der Niederschlag wird in ammoniakalischer Komplexonlösung gelöst, wobei eine intensiv gelbe, photometrierbare Lösung entsteht. Das Bestimmungsverfahren ist sehr von den Versuchsbedingungen abhängig. Die folgende Arbeitsvorschrift enthält die optimalen Bedingungen, die genau einzuhalten sind. — *Ausführung.* 1,00 g Späne werden in 10 ml Salpetersäure 1:1 unter Erwärmen gelöst, die Stickoxyde gut verkocht und die Lösung in einem 100 ml-Meßkolben bei 20° C zur Marke aufgefüllt. Eine 25 ml-Abnahme pipettiert man in ein 50 ml-Zentrifugenglas und versetzt bis zum Auftreten der ersten Trübung durch Kupferhydroxyd mit 20%iger Natronlauge. Jetzt werden 5 ml Kaliumcyanid-Tartratgemisch (100 g Kaliumcyanid + 50 g Natriumtartrat/500 ml) zugesetzt — die Lösung wird wieder klar — anschließend 5 ml 20%ige Natriumsulfidlösung zugegeben, 2 min gekocht, abgekühlt und zentrifugiert. Den Niederschlag wäscht man mit H_2S-gesätt. Wasser durch 3maliges, vorsichtiges Abhebern mittels Filterstäbchen aus. Anschließend wird er in 5 ml Salpetersäure (1:1) durch gelindes Erwärmen gelöst. Nun neutralisiert man mit 20%iger Natronlauge, bis die erste Trübung auftritt, und fügt dann 2 ml 10%ige Essigsäure zu. Der p_H-Wert soll zwischen 3 und 6 liegen. Man versetzt mit 20 ml 0,35%iger 4-Oxy-3-nitrophenylarsonsäurelösung und erhitzt 1—2 min bis zum gelinden Sieden. Der Niederschlag wird zentrifugiert und mit 5×20 ml Waschwasser (2 l H_2O + 1 ml 10%ige Essig-

[1] Chem. Weekbl. **1955**, 548 [Holländisch].

[2] Analyt. Chemistry **27**, 1098—1102 (1955). Univ. of California, Los Alamos, N. M. (USA).

[3] Chemiker-Ztg. **79**, 364—370 (1955). Laucherthal/Hohenzollern.

säure) gewaschen. Diese Menge muß genau eingehalten werden! Anschließend löst man den Niederschlag mit mehreren Anteilen ammoniakalischer Komplexonlösung (2 g Komplexon III + 100 ml konz. Ammoniak/4 l) spült mit dieser Lösung in einen 250 ml-Meßkolben über und füllt damit bis zur Marke auf. Die Messung der gelben Lösung erfolgt gegen Wasser unter Benutzung der Hg-Lampe und des Sperr-Filters 405 mμ in 10 mm-Küvette. Bei der Aufstellung der Eichkurve verfährt man nach einem vereinfachten Verfahren. Steigende Mengen Cadmiumtestlösung (1 mg/ml) werden mit Natronlauge neutralisiert, 2,0 ml Essigsäure zugefügt und dann wie beschrieben das Cd photometriert. Die Kurve erfüllt von 0—4 mg Cd das Lambert-Beersche Gesetz, so daß auch mit Eichfaktoren gerechnet werden kann. Der Extinktionskoeffizient beträgt 0,1377 je Milligramm Cd/250 ml. Die Färbung ist über 24 Std konstant, und zeigt zwischen 15 und 30° C keinen Temperatureinfluß. 3 Beleganalysen mit Cd-Gehalten von 0,6—2% zeigten gute Übereinstimmung mit den Sollwerten. H. Pohl

Die spektrophotometrische Bestimmung von Chrom in Kupferlegierungen mit Diphenylcarbazid nach H. Kitagawa und Y. Aimoto[1] gestattet, 0,005—0,10% Cr neben viel Kupfer zu erfassen. Die rotviolette Färbung ist unter den geeigneten Bedingungen stabil und weist eine breite Absorptionsbande im Grünen mit dem Maximum bei 545 mμ auf. (Kupfersalze absorbieren zwischen 580 mμ und 1000 mμ.) Die Messung erfolgt bei 545 mμ im Spektrophotometer oder nach der Filtermethode mit hochselektivem Grünfilter. F. Schärtl

Zur photometrischen Eisenbestimmung in Kupferlegierungen verwenden W. Nielsch und G. Böltz[2] ihr bereits früher[3] beschriebenes Verfahren, das auf der Messung der mit Weinsäure in bestimmten p_H-Bereichen (p_H 1,5—3,0 bzw. 3,5 bis 7,10) erhaltenen Gelbfärbung beruht. Die in Kupferlegierungen vorhandenen Elemente stören nicht. Lediglich Silicium könnte die Eisenbestimmung beeinflussen, wenn es in Gehalten von 5% Si vorhanden wäre. Dies ist aber in den üblichen Kupferlegierungen niemals der Fall. Etwaigen durch gefärbte Metalle verursachten Fehlern wird durch Kompensationsmessung vorgebeugt, bei der die Eisenfarbe in der Kompensationslösung durch Pyrophosphatzusatz zum Verschwinden gebracht wird. — *Ausführung.* Man löst 1 g Probe im 300 ml-Meßkolben in 25 ml Salpetersäure (bei zinnhaltigen Legierungen nach Zusatz von 0,25—1 g NaCl) und füllt zur Marke auf. Je 5 ml dieser Lösung gibt man in 2 Meßkolben von 100 ml Inhalt und fügt zur Lösung in dem einen Kolben (Kompensationslösung) 20 ml Pyrophosphatlösung, die 200 g Natriumpyrophosphat und 20 ml Pyrophosphorsäure im Liter enthält (p_H 5,10). Beide 100 ml-Kolben werden nun mit 2 ml 1%iger Natriumperjodatlösung versetzt. Will man im *p_H-Bereich 1,5—3,0* arbeiten, so gibt man in beide Kolben noch 10 ml Weinsäurelösung (250 g im Liter) und 10 ml Pufferlösung (200 g Ammoniumnitrat + 80 g Natriumtartrat im Liter), füllt zur Marke auf und mißt die Gelbfärbung bei 366 mμ (Filter S 38 E, Quecksilberbrenner und UV-Kondensor, Zeiss-Gerät Elko II) gegen die Kompensationslösung. — Zum Arbeiten im *p_H-Bereich 3,5—7,10* gibt man in die Kolben (nach $NaJO_4$-Zusatz) 25 ml Pufferlösung 2 (200 g Natriumtartrat + 20 g Kaliumtetraborat im Liter) und 2 ml Pufferlösung 3 (300 g Ammoniumacetat gelöst mit Essigsäure, auf p_H 5,1 eingestellt und auf 1 l aufgefüllt), ergänzt mit Wasser zur Marke und mißt wie angegeben. Ausgewertet wird

[1] Jap. Analyst **4**, 144—148 (1955). [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.). Hitachi Central Res. Lab. (Japan).

[2] Metall **8**, 374—378, 866—868 (1954). Fürstl. Hohenzollernsche Hüttenverwaltung, Laucherthal/Hohenzollern.

[3] Nielsch, W., u. G. Böltz: diese Z. **141**, 247 (1954).

an Hand von entsprechend hergestellten Eichkurven. Die gesamte Bestimmung soll nach der mitgeteilten Zeittafel in 243—278 sec auszuführen sein und nur 6.4 Dpf an Chemikalienkosten verursachen. H. KURTENACKER

Polarographische Bestimmung von Nickel- und Zinkspuren in Kupfer und seinen Salzen. Um das störende Kupfer zu entfernen, scheidet es L. MEITES[1] vorher elektrolytisch aus ammoniakalischer Lösung an einer Quecksilberkathode ab. Hierzu löst man eine etwa 1 g Cu enthaltende Probemenge in möglichst wenig Wasser oder Salpetersäure, fügt 60 ml einer 4 Mol Ammoniak, 4 Mol Ammoniumchlorid und 1 Mol Hydrazinhydrochlorid im Liter enthaltenden Lösung hinzu und läßt 1—2 min bis zum Aufhören der infolge Reduktion des zweiwertigen Kupfers zum einwertigen aus dem Hydrazin auftretenden Stickstoffentwicklung stehen. Die farblos gewordene Lösung verdünnt man auf 250 ml. Einen Teil davon elektrolysiert man mittels einer Platinspirale als Anode und einer gegen eine gesätt. Kalomelelektrode auf konstant —0.85 Volt gehaltenen Quecksilberkathode, möglichst unter Fernhalten des Luftsauerstoffs vom Elektrolysiergefäß. Das noch in der Lösung befindliche überschüssige Hydrazin depolarisiert dabei ständig die Anode. Durch einen in das Quecksilber eintauchenden Rührer hält man die Oberfläche der Kathode in lebhafter Bewegung. Nach einer Elektrolysierdauer von 45—60 min hat sich die Kupferkonzentration der Lösung auf etwa $0.01\,\%$ ihres ursprünglichen Wertes vermindert, was in den meisten Fällen ausreicht; notfalls kann man durch längeres Elektrolysieren den Cu-Restgehalt noch weiter vermindern. Schließlich überführt man ohne Stromunterbrechung 50 ml entkupferte Lösung in eine trockene polarographische Zelle, fügt 1 Tropfen (0.05 ml) $2\,\%$ige wäßrige Lösung von Triton X-100 als Maximumunterdrücker hinzu, entlüftet kurz mit Wasserstoff oder Stickstoff und nimmt das Polarogramm zwischen —0.8 und —1.5 Volt gegen eine gesätt. Kalomelelektrode auf. Die Halbwellenpotentiale von Nickel und Zink liegen dicht bei —1.09 und —1.32 Volt. Bei Nickel- und Zinkgehalten des Untersuchungsmaterials unter $5\times10^{-4}\,\%$ reinigt man zweckmäßigerweise die Ammoniak-Ammoniumchlorid-Hydrazinlösung durch Elektrolysieren bei —1.55 Volt, um den Nickel- und Zinkgehalt der Reagentien und damit den Blindwert zu vermindern. Die Ergebnisse sind bei Gehalten von 10^{-1} bis $10^{-5}\,\%$ Ni oder Zn auf $\pm 5\,\%$ genau. F. NEUMANN

Zirkonium in Magnesiumlegierungen bestimmte man bisher gravimetrisch als Phosphat oder photometrisch mit Alizarinrot S. - R. A. PAPUCCI und J. J. KLINGENBERG[2] ziehen eine Fällung mit *p-Brom-* oder *p-Chlormandelsäure* vor; die Auswaage erfolgt als Zirkondioxyd. Diese Methode hatte sich schon bei Stählen[3] und Aluminiumlegierungen[4] bewährt. — Nur das säurelösliche Zirkonium verbessert die Bearbeitungstemperatur und Kornfeinheit der Legierung. Schwarze Zirkoniumteilchen, die beim Auflösen der Probe zurückbleiben, filtriert man gegebenenfalls ab und nimmt den bei 1000° C im Platintiegel erhaltenen Rückstand nach einem Kaliumhydrogensulfataufschluß mit Salzsäure (1 + 1) auf, wonach man das säureunlösliche Zirkonium wie das säurelösliche bestimmen kann. — *Ausführung.* Eine Probe von 0.25—2 g (je nach Zirkoniumgehalt) löst man im bedeckten Becherglas mit Salzsäure (1 + 4), wovon 80 ml je Gramm Einwaage erforderlich sind. Man erwärmt bis zur vollständigen Auflösung. Sieht die abgekühlte Flüssigkeit nicht ganz klar aus, filtriert man unlösliches Zirkonium ab. Danach gibt man für je $^1/_4$ g der Probe 50 ml einer 0,1 m Reagenslösung unter dauerndem Umrühren zu, läßt 20 min bei

[1] Analyt. Chemistry **27**, 977—979 (1955). Yale Univ., New Haven, Conn. (USA).

[2] Analyt. Chemistry **27**, 835—836 (1955). Broeman & Co., u. Xavier Univ., Cincinnati, Ohio (USA).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1861 (1952); vgl. diese Z. **141**, 72 (1954).

[4] Analyt. Chemistry **25**, 1758 (1953); vgl. diese Z. **144**, 155 (1955).

80–85° C stehen, kühlt ab, filtriert und wäscht 10–12 mal mit Wasser aus. Den vorsichtig veraschten Niederschlag verglüht man im Platintiegel bei 1000° C zu ZrO_2 (Faktor = 0,7403). — Neben zehntel Prozenten Zirkonium sind gelegentlich 2–4% Thorium, Zink, Cer oder Seltene Erden einlegiert. Diese Gehalte beeinträchtigen die Genauigkeit der Analyse nicht. J. Suin de Boutemard

Analyse von Reinstaluminium. Nach F. E. Faller[1] kommt es in der Praxis darauf an, die 4 wichtigsten Begleitelemente des Aluminiums, nämlich Cu, Fe, Si und Ni so schnell und sicher zu erfassen, daß 2 Laboranten in der Lage sind, eine Analyse in etwa 1 Std anzufertigen und daneben noch Mg in der Größenordnung 0,5 bis 2% zu bestimmen. Auf die Bestimmung der zwei weiteren Begleitmetalle Zn und Ti kann oft verzichtet werden. Der Verf. zeigt, daß die bisher vorgeschlagenen Analysenverfahren (Spektralanalyse durch Anfunken, Lösungsspektralanalyse, polarographische Methoden, photometrische und andere Verfahren) den obigen Anforderungen nicht entsprechen. Dagegen haben sich die im folgenden kurz skizzierten, im wesentlichen bekannten Bestimmungsmethoden bewährt: *Kupfer.* Man löst 0,5 g Probe in Natronlauge, säuert sofort mit einer Mischung von Salpetersäure und Citronensäure an, kocht, macht die klargewordene Lösung ammoniakalisch, extrahiert nach Zusatz von Natriumdiäthyldithiocarbaminat mit Tetrachlorkohlenstoff und mißt die Extinktion bei 436 mμ. Das einzige Störelement ist Nickel, für das aber bei der normalerweise vorhandenen Größenordnung von 0,0002% Ni eine Korrektur nicht notwendig ist. Die Genauigkeit der Methode beträgt ± 0,0002%. — *Eisen.* Man säuert die natronalkalische Lösung von 0,5 g Probe mit Salzsäure an, reduziert mit $NH_2OH \cdot HCl$, puffert nach Zusatz von o-Phenanthrolin mit Natriumacetat auf p_H 3 und mißt bei 436 mμ gegen Standardreinstaluminium von bekanntem niedrigem Eisengehalt. Zu dem der Eichkurve entnommenen Eisengehalt wird der der Standardprobe zugezählt. Die Resultate sind auf ± 0,0003% genau. — *Silicium.* 1 g Probe wird in 30%iger Natronlauge aus Polyäthylengefäßen gelöst. Man gibt die Lösung zu abgemessener Salpetersäure, kocht klar, gibt Natriumacetat- und Ammoniummolybdatlösung (p_H 1,0 ± 0,2) zu und mißt nach genau 5 min bei 400 mμ gegen den Reagentienblindwert. Die Genauigkeit beträgt ± 0,0005%. — *Nickel.* Man löst 1 g Probe in Natronlauge, kocht mit Salpetersäure und Citronensäure klar, kühlt, gibt Bromwasser und Ammoniak zu und versetzt bei unter 15° C mit Dimethylglyoximlösung. Nach 5 min mißt man gegen eine Standardprobe mit bekanntem niedrigem Nickelgehalt bei 436 mμ und erhält auf ± 0,0002% genaue Resultate. — *Zink* und *Titan* werden wegen der Konstanz der Gehalte in der Betriebsanalyse meist nicht bestimmt. In Verkaufsanalysen ermittelt man den Zinkgehalt nach dem Dithizonverfahren, den Titangehalt nach dem Sulfosalicylsäureverfahren von M. Ziegler und O. Glemser[2]. — Die *Magnesiumbestimmung* kommt für die Legierungen Reflectal und solche der Gattung AlMgSi auf Reinstaluminiumbasis in Betracht. Der Verf. gibt der Komplexonmethode den Vorzug, die allerdings noch nicht hinreichend überprüft ist. Höhere Siliciumgehalte können außer photometrisch auch gravimetrisch nach Regelsberger-Weiss[3] mit verhältnismäßig geringem Zeitaufwand bestimmt werden. H. Kurtenacker

Den Natriumgehalt von Reinaluminium bestimmen H. F. Hourigan und J. W. Robinson[4] flammenphotometrisch mit der Genauigkeit eines Betriebs-

[1] Z. Erzbergbau Metallhüttenwes. **7**, 473—479 (1954). Vereinigte Aluminiumwerke A. G. und Vereinigte Leichtmetallwerke A. G. Bonn.

[2] Diese Z. **139**, 92 (1953).

[3] Analyse der Metalle, 2. Band: Betriebsverfahren, 1. Teil, S. 99/100.

[4] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 179—182 (1955). Post Office Engng. Dpmt., Birmingham (England).

verfahrens. Ein solches ist notwendig, weil dem Aluminium zur Kornverfeinerung vielfach Natrium zugesetzt wird. Die Intensität der Natriumflamme wird durch die Anwesenheit von Aluminium geschwächt. Darum stellt man 4 Eichkurven auf, indem man variierende Anteile einer NaCl-Lösung (25,418 g/l) mit reinem Wasser bzw. mit salzsauren Lösungen versetzt, die 0,58 (1,11; 2,33) molar in bezug auf Al sind. Jedoch muß man den Natriumgehalt aus der Al-Einwaage durch Umfällen mit Ammoniak entfernen. — Zur Analyse löst man 0,25 g Aluminium in 10 ml konz. Salzsäure und füllt auf 100 ml mit Wasser auf. Die gemessene Flammenintensität wertet man an Hand der passenden Eichkurve aus. Der Blindwert der verwandten Salzsäure ist abzuziehen. Durchweg ist natriumfreies Wasser vorausgesetzt.

J. Suin de Boutemard

Zur Prüfung des Gebrauchswertes von Aluminiumbronzen bei der Verwendung als *Anstreichmittel in flüssigen Bindemitteln* verwendet man nach C. Boller[1] 1. das Spiegelbildungsvermögen des Aluminiumpulvers, 2. das Verhalten des Bindemittels zum Aluminiumpulver und 3. das Redoxpotential des Pulvers im Bindemittel. — Das *Spiegelbildungsvermögen* schwankt stark mit der Korngröße und der sonstigen Vorbehandlung des Pulvers. — *Das Verhalten des Bindemittels* prüft man, indem man Pulver und Bindemittel in der Apparatur der Abb. 1 zusammenbringt. Greift das Lösungsmittel an, entwickelt sich Wasserstoff, der sich in der Bürette sammelt und gemessen werden kann. Die Flüssigkeit wird dabei in das seitliche Trichterrohr abgedrängt. Es ergab sich, daß einzelne Lösungsmittel kaum angreifen, Gemische von CCl_4 und Alkoholen oder enolisierbaren Substanzen wie Aceton stark angreifen können. Da unter diesen Umständen immer $CHCl_3$ und HCl als Reaktionsprodukte nachweisbar sind, ist der Angriff so zu erklären, daß zunächst das alkoholische Wasserstoffatom mit Aluminium reagiert, wonach Tetrachlorkohlenstoff zu Chloroform reduziert wird und der gebildete Chlorwasserstoff auch das Aluminium angreift. Mit Alkohol - Tetrachlorkohlenstoffgemischen wurden in 24 Std bis zu 82 ml H_2 entwickelt. — Das *Redoxpotential* bestimmt man besser mit Farbindicatoren (Toluylenblau, 2,6-Dichlorphenolindophenol, Safranin T) als potentiometrisch, da bei der Versuchsdauer von 24 Std und darüber das Lösungsmittelgemisch seine Zusammensetzung durch Verdunsten ändert. Die 3 Farbstoffe ergaben untereinander und mit der Praxis gut übereinstimmende Werte.

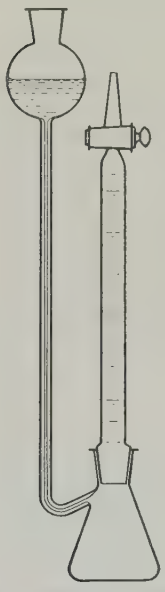


Abb. 1. Apparat zur Prüfung von Al-Pulver nach Boller

H. Kurtenacker

Zur Bestimmung von Kupfer in Aluminiumlegierungen verwenden W. Nielsch und G. Böltz[2] ihr *photometrisches Verfahren mit Bromwasserstoffsäure*[3]. Um Störungen durch Eisen auszuschalten, ist es notwendig, das Kupfer aus der Lösung mittels Blei niederzuschlagen. — *Ausführung.* Von Legierungen, die 0,005—1% Cu enthalten, löst man je nach Gehalt 0,5—5 g in 15 oder 30 ml 20%iger Natronlauge, gießt die Lösung in 25 bzw. 50 ml Salzsäure (1:1), kocht und gibt 1 ml Perhydrol zu.

[1] Fette u. Seifen **56**, 978—981 (1954). Inst. Lackforsch., Materialpr., Gießen.

[2] Aluminium **30**, 341—345 (1954). Laucherthal (Hohenzollern).

[3] Nielsch, W., u. G. Böltz: diese Z. **142**, 94, 427 (1954).

Nach Auflösen des metallischen Rückstandes und Verkochen des H_2O_2-Überschusses verdünnt man auf 80 ml und zementiert das Kupfer durch 15 min langes Kochen mit 1 g Bleipulver. Den gewaschenen Blei-Kupferniederschlag löst man in 20 ml 56%iger Bromwasserstoffsäure und 5 ml Brom-Bromwasserstoffsäuregemisch I (50 ml Brom mit 56%iger Bromwasserstoffsäure auf 500 ml aufgefüllt), verkocht das Brom vorsichtig, kühlt ab und überführt in einen 50 ml-Meßkolben. Hier fügt man genau 10 ml Brom-Bromwasserstoffsäuregemisch II zu (2 ml Brom mit 56%iger Bromwasserstoffsäure auf 500 ml aufgefüllt), ergänzt mit 56%iger Bromwasserstoffsäure zur Marke und mißt in dicht schließender Spezialküvette in 2 cm Schichtdicke mit dem dem vorliegenden Kupfergehalt angepaßten Filter. Der Blindwert der Reagentien wird gleichzeitig ermittelt. — Kupferbestimmungen in *Hydronalium*, *Silumin* und *Reinaluminium* ergaben volle Übereinstimmung mit den Sollwerten. H. Kurtenacker

Eine spektrophotometrische Methode der Kupferbestimmung in Aluminium- und Zinklegierungen durch Extraktion des *Kupfer-Salicylaldoxim-Komplexes* haben S. H. Simonsen und H. M. Burnett[1] ausgearbeitet. — *Ausführung.* 0,1 g Probematerial mit 2—4% Cu werden in 5—10 ml Königswasser gelöst, die Lösung wird fast zur Trockne eingedampft, mit Wasser in einen 250 ml-Meßkolben übergespült und zur Marke aufgefüllt. Eine 25 ml-Abnahme wird mit 50 ml Pufferlösung (75,0 ml 0,4 m NaOH-Lösung + 500 ml 0,4 m Kaliumbiphthalatlösung/l) versetzt und auf 100 ml aufgefüllt. Der p_H-Wert dieser Lösung soll bei 4.4 liegen. Eine 10 ml-Abnahme davon wird mit 10,0 ml 0,02 m Salicylaldoximlösung in n-Amylacetat (2,7426 g/l) 5 min lang geschüttelt. Nachdem sich die Phasen durch 15 min langes Stehen getrennt haben, wird die organische Phase in eine 10 mm-Küvette pipettiert und gegen einen Blindansatz bei 344 mμ (Absorptionsmax.) gemessen. Die Eichkurve wird mit steigenden Mengen Kupfertestlösung (Gehalte von 1,0—10,0 $\times 10^{-5}$ m Cu) unter den gleichen Bedingungen aufgestellt und erfüllt das Lambert-Beersche Gesetz. Die Färbungen sind über 48 Std konstant. Die Extraktion ist im p_H-Bereich von 3,5—9,5 quantitativ. Beleganalysen mit Kupfergehalten von 0,3 bis 7,8% zeigten sehr gute Übereinstimmung mit den Sollwerten. Die Al-Legierungen enthielten etwa 0,24% Cr, 0,90% Fe, 1,58% Mg, 0,81% Mn, 2,00% Ni, 0,88% Si, 0,10% Ti; die Zinklegierung enthielt 3,9% Al. Alle aufgeführten Elemente zeigten keinen Einfluß auf die Bestimmung. H. Pohl

Ein photometrisches Bestimmungsverfahren von Wismut in Blei wird von W. Nielsch und G. Böltz[2] beschrieben. Es beruht auf der Messung der Gelbfärbung, die Wismutlösungen mit überschüssigem Thioharnstoff geben. Als besonders zweckmäßig erwies sich dabei das Arbeiten in phosphorsaurer Lösung[3]. Das Extinktionsmaximum der gefärbten Lösung liegt bei 460—470 mμ, so daß man bei Messung in dem Gerät Elko II zweckmäßig das Filter S 47 E benutzt. Die Färbung entwickelt sich sofort und ändert sich innerhalb 24 Std nur sehr wenig. Das Beer-Lambertsche Gesetz ist im Bereich von 1 bis etwa 25 μg Bi/ml erfüllt. Die Temperatur ist konstant zu halten. Bei der Untersuchung der Bleisorten wird Wismut zunächst von Blei durch Fällen mit Thionalid getrennt. Mit dem Wismut fallen, falls anwesend, Cu, Sn, As und Sb. Von diesen Metallen gibt aber in phosphorsaurer Lösung nur Sb eine gefärbte Lösung und auch deren Farbintensität ist so gering, daß 1000 μg Sb/ml Lösung die Bi-Bestimmung noch nicht stören. — *Ausführung.* Je nach

[1] Analyt. Chemistry **27**, 1336—1339 (1955). Univ. Austin, Texas (USA).

[2] Metall **9**, 856—860 (1955). Laucherthal/Hohenzollern.

[3] Über das Arbeiten in anderen Säuren siehe Nielsch, W., und G. Böltz, diese Z. **142**, 321 (1954); **143**, 13, 168 (1954).

Wismutgehalt (0,0005—2,5%) löst man 10,0—0,1 g Probe (genaue Zahlentafel der Einwaagen im Original) in einem Quarzzentrifugenglas vorsichtig in 20 ml Salpetersäure (1:4) [bei 5—10 g Einwaage unter Zutropfen von Salpetersäure (1:1)], verdünnt mit Wasser auf etwa 30 ml, neutralisiert heiß mit Ammoniak bis zur starken Trübung und löst diese in 2 ml 2 n Salpetersäure. Man bringt dann mit Wasser auf 40 ml, versetzt heiß mit 2 ml 1%iger Thionalidlösung in Eisessig (die Lösung ist ungefähr 8 Tage brauchbar), beläßt 5 min im Wasserbad bei 80° C, kühlt, zentrifugiert und wäscht 3mal mit kaltem Wasser aus. Der Niederschlag wird im Zentrifugenglas mit 20 ml (bei kleinen Bi-Mengen mit 10 ml) konz. Phosphorsäure erhitzt, bis die Lösung schwarz geworden ist. Dann entfärbt man durch vorsichtigen Zusatz von 5—7 ml 30%igem Wasserstoffperoxyd, verkocht den H_2O_2-Überschuß, überführt die Lösung in einen 100 ml-Meßkolben (bei kleinen Bi-Gehalten in einen 50 ml-Kolben), gibt unter leichtem Erwärmen 10 g (5 g) Thioharnstoff zu, kühlt auf 20—0,5° C und füllt zur Marke auf. Anschließend mißt man bei 470 mμ gegen Wasser. Die Analysenfehler betragen bei Bi-Gehalten von 0,015—0,2% etwa 2 bis 0,5%. H. Kurtenacker

Eine Schnellmethode zur Titanbestimmung in Titanmetall und Titanlegierungen beschreibt R. A. Paucci[1]. Man elektrolysiert in einer von E. J. Center, R. C. Overbeck und D. L. Chase[2] beschriebenen Zelle der *Dyna-Cath Eberbach Corp.* und trennt dadurch das Titan von Fe, Cr, Mo, Sn, Mn, Co und Ni. Das Titan bestimmt man anschließend colorimetrisch mit H_2O_2 bei 425 mμ. Die in den Legierungen etwa noch vorhandenen, meist sehr kleinen Mengen Al, Si, Mg, W und V stören nicht. Der Zeitbedarf der Analyse beträgt 80 min, das bedeutet bei gleicher Genauigkeit einen Fortschritt gegenüber der von J. M. Thompson[3] angegebenen Methode. — *Ausführung.* Man löst 0,2 g Probe in 100 ml Schwefelsäure (1:5) in der Wärme, filtriert, gibt 50 ml 3%iger Wasserstoffperoxydlösung zum Filtrat und verdampft bis zum beginnenden Auftreten von Schwefelsäurenebeln. Nach dem Aufnehmen mit 75 ml Wasser elektrolysiert man in der Quecksilberzelle mit 10—15 A etwa 15 min lang und füllt die verbliebene Lösung im Meßkolben auf 200 ml. Eine Abnahme von 2 ml versetzt man im 100 ml-Meßkolben mit 20 ml Schwefelsäure (1:3), 50 ml Wasser und 5 ml 3%iger Wasserstoffperoxydlösung, füllt zur Marke auf und mißt die Farbe bei 425 mμ. Die Eichkurve wird mit Standardtitansulfatlösung oder mit Ti-Legierungen von bekanntem Gehalt aufgestellt. K. Brodersen

Zur Sauerstoffbestimmung in Titan und Titanlegierungen mischen M. Codell und G. Norwitz[4] die Probe mit Kohlenstoff und behandeln bei 825° C im Quarzrohr mit Brom unter Verwendung von Helium als Trägergas. Das gebildete CO wird an heißem CuO zu CO_2 oxydiert, die Kohlensäure im Ascaritrohr absorbiert und gewogen. Brom und Titantetrabromid entfernt man vorher durch Ausfrieren, die letzten Bromspuren mit auf 350° C erhitztem Zink. Die Methode erlaubt die Bestimmung von Sauerstoffgehalten im Bereich 0,05—0,5%. Die Ausführung der Bestimmung und die Apparatur sind im Original eingehend beschrieben.

K. Brodersen

[1] Analyt. Chemistry **27**, 1175—1176 (1955). F. C. Broeman & Co., Cincinnati 10, Ohio (USA).

[2] Analyt. Chemistry **23**, 1134 (1951); vgl. diese Z. **136**, 121 (1952).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 1632 (1952); vgl. diese Z. **144**, 55 (1955).

[4] Analyt. Chemistry **27**, 1083—1090 (1955). Pitman-Dunn Labs., Frankford Arsenal, Philadelphia, Pa. (USA).

Namen- und Sachverzeichnis zum 150. Band

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Aaremae, A., und Assarsson, G. O. Gravimetrische Bestimmung von Tellur im Schwefel 297

Aas, K. Bestimmung von Prothrombin in Blut 154. — Siehe auch Owren, P. A.

Abdine, H., siehe Flaschka, H.

Abdullaeva, Ch. M., siehe Mamedaliev, Ju. G.

Abendroth, H.-J., siehe Fischer, W.

Abildgaard, J., siehe Schou, S. A.

Ackerman, B.-J., und Cassidy, H. G. Einflüsse auf die papierchromatographische Analyse 210

Aconsky, L., und Mori, M. Photometrische Titration geringer Calciummengen in Wasser 450

Adams, C. I., und Spaulding, G. H. Selenhaltiger Katalystor bei der Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl ohne Destillation 302

Addink, N. W. H. Spektrochemische Bestimmung von Zink im Blut 137

Adler, I., und Axelrod, J. M. Bestimmung von Thorium in Gesteinen durch Röntgenfluorescenzspektrometrie 236

Agterdenbos, J. Fällung von Niederschlägen aus homogener Lösung 281

Aimoto, Y., siehe Kitagawa, H.

Akabori, S. Bestimmung von Oxymethylfurfurol in Honig und Kunsthonig 400

Akiyama, T., Fuji, K., und Fujiwara, M. Trennung von Calcium und Magnesium durch Fällung mit Ammoniummolybdat 221

Alimarin, I. P., und Petrikova, M. N. Verwendung siliciumorganischer Überzüge in der Ultramikroanalyse 360

Alm, R. S., Williams, R. J. P., und Tiselius, A. Elutionstechnik 230

Almássy, Gy., und Kávai, M. Colorimetrische Mikrobestimmung von Eisen(III) 372

Altmann, K. I., siehe Haberland, G. L.

Ambros, D., siehe Lüttringhaus, A.

D'Ambruso, M., siehe Forbes, G. B.

Amin, A. M. Komplexometrische Bestimmung von Kupfer und Aluminium in Legierungen 456

McAnally, J. S., und Hausman, E. R. Fluorimetrische Bestimmung von Oestrogenen im Harn 154

Analytical Methods Committee. Bestimmung von Blei in Nahrungsmitteln 445

Anastasi, A., Gallo, U., und Novacic, L. Titrimetrische Bestimmung von Coffein in wasserfreiem Medium 132

Anastasi, A., Mecarelli, E., und Novacic, L. Bestimmung von Kupfer, Blei, Zink und Eisen in pharmazeutisch verwendetem Glas 62

Andoch, B. Y. A., siehe Kupchan, S. M.

Andreev, D. N. Bestimmung von Silicium in siliciumorganischen Verbindungen 307

Antoniades, H. N. Photometrische Bestimmung von Cer(IV) mit Veratrol 228

A. O. A. C. Bestimmung von Bor in Düngemitteln 56

Araki, Sh. Qualitative Analyse organischer Substanzen 307

Arends, W., siehe Kaufmann, H. P.

Arndt, F., siehe Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie 298 [L]

Ashley, M. G. Colorimetrische Bestimmung von Tropa-Alkaloiden 75

Asimov, I., siehe Reguera, R. M.

Assarsson, G. O., siehe Aaremae, A.

Austerweil, G. V. Bestimmung von Kalium in Wein 395

Autenrieth-Keller. Quantitative chemische Analyse zum Gebrauch in chemischen und pharmazeutischen Laboratorien, 9. Aufl. 239 [L]

Axelrod, B., siehe Bandurski, R. S.

Axelrod, J. M., siehe Adler, I.

Axilrod, H. D., siehe Caley, E. R.

Ayres, G. H., und Berg, E. W. Fällung von Palladium mit Dimethylglyoxim 377

Bacot, A. M., siehe Wilkinson, F. B.
Badve, M. G., siehe Barnabas, T.
Bähr, G., siehe Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Baggett, B., Engel, L. L., und Fielding, L. L. Bestimmung acylierbarer OH-Gruppen in Lipoiden 153
Baker, B. B., und Morrison, J. D. Mikrobestimmung von Fluorid und Cyanid durch Spontan-Elektrolyse 368. — Siehe auch MacNevin, W. M.
Baker, R. W. R. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 221
Balázs, O. Vergleichende Bestimmung der Zellmassen von Hefekulturen 57
Baldacci, E., siehe Ciferri, R.
Balis, E. W., Bronk, L. B., Liebhafsky, H. A., und Pfeiffer, H. G. Einstellung von 1 n Schwefelsäure 282. — Siehe auch Simons, E. L.
Bandurski, R. S., und Axelrod, B. Molybdänsäure als Sprühreagens 387
Bane, R. W. Polarographische Bestimmung von Blei in Beryllium 455
Banerjee, G. Bestimmung von Thorium mit Diphensäure 237. — Siehe auch Datta, S. K.
Banks, T., Vaughn, C., und Marshall, L. M. Spektrophotometrische Bestimmung von Glykolaldehyd 312
Banks, T. E., Tupper, R., Watts, R. W. E., und Wormall, A. Radiometrische Bestimmung von Zink in Geweben 137
Banks, T. E., Tupper, R., und Wormall, A. Bestimmung von ^{65}Zn in Geweben 137
Barker, C. J., und Perry, R. H. Apparat zum Aufbringen der Tropfen zur Papierchromatographie 212
Barker, H. A., siehe Kennedy, E. P.
Barker, S. B., und Summerson, W. H. Bestimmung von Milchsäure in Kulturen von Milchsäurebakterien 57
Barnabas, J., siehe Barnabas, T.
Barnabas, T., Badve, M. G., und Barnabas, J. Ringchromatographische Bestimmung der Erdalkalien und Magnesium 222
Barnes, M.-A., siehe Eddy, C. R.
Barnett, A. J. G. Bestimmung von Milchsäure in Kulturen von Milchsäurebakterien 57
Baron, H. Bestimmung des leicht löslichen Anteils der Mikronährstoffe Bor, Eisen, Kobalt, Kupfer, Mangan, Molybdän und Zink im Boden 45
Bartlet, J. C., und Farmilo, C. G. Herkunftsbestimmung von Opium 77
Bartlet, J. C., Kavanagh, D., und Chapman, R. A. Bestimmung von Fluor in Knochenmehl 393
Bauer, L., siehe Wieland, Th.
Baughman, W. F., und Jamieson, G. S. Bestimmung fester Fettsäuren 317
Bauld, W. S. Verteilungschromatographische Trennung von Oestrogenen in Harnextrakten 154
Baum, H., siehe Clarke. D. G.
Bayer, O., siehe Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Beamish, F. E., siehe Currah, J. E., sowie Fraser, J. G.
Bechert, K., und Gerthsen, C. Atomphysik: Allgemeine Grundlagen I u. II, 3. Aufl. 193 [L]
Beck, G. Abtrennung des Thoriums von den Ceriterden 238
Becker, H. C., siehe Uhrig, K.
Becker, W. W., und Shaefer, W. E. siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger: Organic Analysis 298 [L]
Beckmann, W., siehe Hiller, A.
Begtrup, H. Bestimmung von Prothrombin in Blut 154
Beintema, J., und Kroonen, J. Spektrochemische Analyse von nichtleitenden Stoffen 194
Belcher, R., und Wilson, C. L. New Methods in Analytical Chemistry 271 [L]
Belea, Gy., siehe Sarkadi, J.
Bentley, F. F., und Rappaport, G. Analyse von Mischen von Buna N mit Phenolharzen 123
Berg, E. W., und McIntyre, R. T. Papierchromatographische Trennung von Eisen(III), Kupfer(II), Nickel(II), Kobalt(II) und Mangan(II) als Chelaten von 2-Thenoyltrifluoraceton 427
Berg, E. W., und Senn jr., W. L. Trennung von Rhodium und Iridium durch Ionenaustausch 380
Berg, E. W., und Strassner, J. E. Eignung von Diketonen für papierchromatographische Trennung von Metallen 428. — Siehe auch Ayres, G. H.
Berg, H. Polarographische Bestimmung von Actinomycin-C-Gemischen 72

Berkhout, H. W. Bestimmung von Kalium 216
Berkhout, H. W., und Jongen, G. H. Maßanalytische Bestimmung von Kalium auf Grund der Fällung als Tetraphenyloborat 216
Berman, S. S., siehe Cluett, M. L.
Bernard, M.-L.-J. Polarographie organischer Peroxyde 387
Beroza, M. Bestimmung von Methylendioxyd oder gebundenen Formaldehydgruppen 311
Bertrand, D., siehe Gautier, J.-A.
Mises au point de Chimie Analityque 193 [L]
Bessman, S. P., und Layne jr., E. C. Schnellbestimmung von Blei in Blut und Urin in Anwesenheit chelatbildender organischer Stoffe 138
Bhaskara Rao, K., siehe Gopala Rao, G.
Bhatnagar, D. V., siehe Tillu, M. M.
Biale, J. B., siehe Young, R. E.
Biggs, A. I. UV-spektrophotometrische Bestimmung von Parathion 48
Bighi, C., und Trabanelli, G. Papierchromatographisches Verhalten von Glykolsäure, Äpfelsäure, Bernsteinsäure, Citronensäure und Oxalsäure 320
Bigwood, E. J., siehe Schram, E.
Binder, J. L. Ultrarotspektroskopische Analyse von Polybutadienen und Butadien-Styrol-Copolymeren 123
Birks, L. S., und Brooks, E. J. Röntgenspektrometer mit gebogenem Kristall 197. — Röntgenspektrograph 197
Birnbaum, N., und Edmonds, S. M. Verhalten des Ferroinindicators gegen Cer(IV)-sulfat 401
Bisaz, S., siehe Girardet, A.
Bitskei, J. Eine schnelle Methode zur Bestimmung von Jodid in Anwesenheit von Chlorid und Bromid 267 [Or]
Black, E. D., und de Vries, T. Diffusionsstromstufen des Eutektikums von geschmolzenem Lithiumchlorid und Kaliumchlorid 203
Blanc, P., und Racine, J. Abgeänderter qualitativer Analysengang 277
LeBlanc, N. F., siehe Goddu, R. F.
Bloch, L. Antimonbestimmung in Lagermetall 458
Bloemendal, H., und Veerkamp, Th. A. Thioacetamid in der qualitativen Analyse 276
Blom, L., und Edelhausen, L. Bestimmung von Kohlendioxyd 233
Blumenthal, H. Mitfällung von Antimon mit anderen Ionen 288
Bobtelsky, M. Grundlagen der heterometrischen Titration 356
Bobtelsky, M., und Jungreis, E. Heterometrische Bestimmung von Quecksilber mit Mercaptobenzthiazol 225
Bock, R., und Umland, F. p_H-Bereiche der Fällung einiger Metall-Oxychinolinverbindungen 281
Bode, H. Bestimmung von Kupfer in Diäthylammonium-diäthyldithiocarbaminat 9
Bodor, E., siehe Erdey, L.
Böltz, G., siehe Nielsch, W.
de Boer, H. J. Beständigkeit von Zirkoniumlack 236. — Colorimetrische Bestimmung von Fluor 392
Bogs, U., und Meinhard, J. Colorimetrische Wertbestimmung von Thymian und seinen galenischen Zubereitungen 68
Bohdanecký, M., siehe Vraný, M.
Boldingh, J., und Drost, J. R. Bestimmung von Vitamin A in Margarine 442
Boller, C. Prüfung des Gebrauchswertes von Aluminiumbronzen 462
Bon, W. F. Verwendung von Thioacetamid in der qualitativen Analyse 276
Bonastre, J. Vergleichende Untersuchungen zur Kaliumbestimmung in Wein 396
Bonauguri, E., und Seniga, G. Einfluß von Methanol auf die Wasserbestimmung nach Karl Fischer 13
Bonnell, A. H., siehe Satterfield, Ch. N.
Bonnichsen, R., Halstrøm, F., Møller, K. O., und Theorell, H. Vergleich von Methoden zur Alkoholbestimmung in Leichenteilen 159
Borecký, J., siehe Večeřa, M.
Borgmann, K. Probleme der Harnuntersuchung 155
Borgström, S., siehe Karrman, K. J.
Bortolotti, T. R., siehe Buckley, E. S.
Bothwell, T. H., und Mallett, B. Bestimmung von gebundenem Eisen in Plasma und Serum 143
Bottei, R. S., und Furman, N. H. Bestimmung reduzierbarer organischer Substanzen mit Chrom(II)-chlorid 308
Boucher, K. A., siehe Price, S. A.

Bozzi-Tichadou, M., siehe Dumazert, C.
Bradley, P. M., siehe Lord, J. W.
Bradshaw, W., siehe Silverman, L.
Brandrup, W. Bestimmung von Thymol und Carvacrol 68
Brante, G. Identifizierung von Betain, Cholin und Neurin 52
Brattsten, I. Papierelektrophoretische Untersuchung von Proteingemischen 207
Braus, H., Middleton, F. M., und Ruchhoft, C. C. Abtrennung organischer Substanzen aus Wasser 453
Braus, H., Middleton, F. M., und Walton, G. Abtrennung organischer Substanzen aus Wasser 453. — Siehe auch Ruchhoft, C. C.
Bray, R. H., siehe Cheng, K. L.
Brechbühler, T., siehe Sanz, M. C.
Brettschneider, G., siehe Geilmann, W.
Bricker, C. E., und Johnson, R. H. Colorimetrische Bestimmung von Methylendioxyd 311
Bridges, R. G., siehe Winteringham, F. P.
Brockmann, H., u. Mitarb. Bestimmung von Hypericin 70
Brom, F. Papierelektrophoretische Bestimmung von Eisen(II) und Eisen-(III) nebeneinander 372
Bronk, L. B., siehe Balis, E. W.
Brooker, R. A., siehe Nash, H. A.
Brooks, E. J., siehe Birks, L. S.
Brossi, A., Häfliger, O., und Schnider, O. Nachweis therapeutisch wichtiger Morphinderivate 79
Brown, R. J. Bestimmung von Raffinose in Zuckerrübenprodukten 50. — Siehe auch Serro, R. F.
Brown, R. J., und Serro, R. F. Chromatographische Analyse von Zuckerrübenprodukten 50
Brune, G., siehe Klingmüller, V.
Brunerie, M., siehe Macheboeuf, M.
Brunisholz, G. Anwendung der Ionenaustauscher in der analytischen und präparativen Chemie 274
Bruns, F., siehe Haberland, G. L.
Bryant, J. M., siehe Wendlandt, W. W.
Bryant, L. H. Rundchromatographie von Terpenen 59
McBryde, W. A. E. Übersicht über die Extraktionsanalyse von Platinmetallen und Gold 377. — Siehe auch Cluett, M. L., sowie Fraser. J. G.
Buckley, E. S., Gibson, J. G., und Bortolotti, T. R. Entfernung störender Metalle bei der komplexometrischen Bestimmung von Calcium und Magnesium 221
Büchi, J., und Perlia, X. Nachweis der gebräuchlichsten Barbiturate 65
Bulen, W. A., Varner, J. E., und Burrel, R. C. Verteilungschromatographische Bestimmung organischer Säuren 53
Buras jr., E. M., und Hobart, S. R. Acetylierung von Chromatographierpapier 427. — Siehe auch Cooper, A. S.
Burianec, Z., siehe Čůta, F.
Burnett, H. M., siehe Simonsen, S. H.
Burrel, R. C., siehe Bulen, W. A.
Burriel-Martí, F., und Jiménez-Gómez, S. Turbidimetrische Bestimmung von freiem Schwefel 293
Burton, J. D., und Riley, J. P. Mikrobestimmung von Phosphor in organischen Stoffen 303
Burton, R. B., Zaffaroni, A., und Keutmann, Z. H. Papierchromatographische Trennung von Alkaloiden 75, 77
Busch, H., Hurlbert, R. B., und Potter, V. R. Apparatur zur Trennung mit Hilfe von Ionenaustauschern 230
Busfield, H., siehe Chipperfield, E. H.

Caley, E. R., und Axilrod, H. D. Bestimmung von Lithium 216
McCallan, S. E. A., und Wilcoxon, R. H. Untersuchung von Mitteln gegen Algen, Pilze und Flechten 49
Calvert, C. R., siehe Rappoport, D. A.
Calvery, H. O., siehe Morris, H. J.
Camber, B. Bestimmung von Phenolen 432
Canbäck, T., siehe Erne, K.
Canning, R. G., und Dixon, P. Spektrophotometrische Bestimmung von Uran und Vanadin nebeneinander 366
Caramanos, S., siehe Schwab, G.-M.
Carleton, L. T. Schmelzpunktsbestimmung zur Reinheitsprüfung 361
Carron, M. K., Skinner, D. L., und Stevens, R. E. Fällung von Seltenen Erden und Thorium aus homogener Lösung 229

Carter, C. E. Untersuchung von Zuckerrübenprodukten 52
McCarthy, M., und Sullivan, M. Bestimmung von Methionin 67
Cassidy, H. G., siehe Ackerman, B.-J.
Center, E. J., Overbeck, R. C. und Chase, D. L. Elektrolysierzelle 464
Černý, A., siehe Macek, K.
Červenka, R., und Korbová, M. Bestimmung von Selen in natürlichen Wässern und in der Luft 452
Cetini, G., und Ricca, F. Trennung anorganischer Kationen durch Fällungschromatographie 272. — Quantitative Beziehungen bei der Trennung anorganischer Kationen durch Fällungschromatographie 273
Chang, S. S., und Kummerow, F. A. Bestimmung der Ranzidität und Reversion von Speiseölen 398
Chapman, R. A., siehe Bartlet, J. C.
Chapon, L. Kontinuierliche und gleichzeitige Bestimmung von CO_2 und O_2 in der Warburg-Apparatur 140
Chargaff, E., siehe Vischer, E.
Chase, D. L., siehe Center, E. J.
Chatterjee, A., und Choudhury, A. Chromatographische Trennung natürlicher Cumarine 434
Chatterji, K. K. Bestimmung von Calcium und Magnesium durch thermometrische Titration 220
Chefurka, W. Bestimmung von Fructose nach Seliwanoff 385
Chelberg, R. R., siehe Makens, R. F.
Chen jr., P. S., und Toribara, T. Y. Fehler bei der Calciumbestimmung in gealtertem Blutserum 136
Cheng, K. L. Nachweis und nephelometrische Bestimmung von Kupfer 217
Cheng, K. L., Bray, R. H., und Melsted, S. W. Bestimmung von Wismut in Blei 8
McChesney, E. W. Colorimetrische Bestimmung von Antimon 305
Chipperfield, E. H., und Busfield, H. Bestimmung von Hexamethylentetramin in Phenol-Formaldehydharzen 122.
Chittick, J. R., Dunlap, F. L., und Richards, G. D. Apparatur zur Bestimmung von Natriumhydrogencarbonat in Backpulver 442
Choudhury, A., siehe Chatterjee, A.
Christ, W., siehe Schober, R.
Ciferri, R., und Baldacci, E. Bestimmung von Mitteln gegen Algen, Pilze und Flechten 49
Číhalík, J. Bestimmung von Arsen, Antimon und Zinn mit Jodmonochloridlösung 283. — Siehe auch Přibil, R.
Číhalík, J., und Vavreinová (Vavrejnová), D. Jodmonochlorid als Maßflüssigkeit 283. — Bestimmung organischer Substanzen mit Jodmonochloridlösung 284
LeClair, R. M., siehe Satterfield, Ch. N.
Clark, E. P., und Collip, J. B. Bestimmung von Calcium im Serum 135
Clarke, D. G., Baum, H., Stanley, E. L., und Hester, W. F. Bestimmung von Äthylen-bis-dithio-carbaminaten in Fungiciden 48, 49
Cline, J. F., siehe Rediske, J. H.
Cline, W. D., siehe Warf, J. C.
Cluett, M. L., Berman, S. S., und McBryde, W. A. E. Trennung von Rhodium und Iridium durch Ionenaustausch 380
Cluley, H. J. Bestimmung von Germanium mit Phenylfluoron 234
Codell, M., und Norwitz, G. Sauerstoffbestimmung in Titan und Titanlegierungen 464
Cody, A. F., Milliken, S. R., und Kinney, C. R. Polarographie von huminsäureähnlichen Oxydationsprodukten bituminöser Kohle 47
Colarusso, R. J., siehe Wollish, E. G.
Coll, H., siehe West, Ph. W.
Collat, J. W., und Rogers, L. B. Bestimmung von Aluminium und Gallium mit Hilfe der verschiedenen Fluorescenzspektren der Oxinate 226
Collip, J. B., siehe Clark, E. P.
Comar, C. L., Monroe, R. A., Visek, W. J., und Hansard, S. L. Bestimmung des endogen in die Faeces ausgeschiedenen Calciums 136
McComb, E. A., siehe McCready, R. M.
Connally, R. E., und Leboeuf, M. B. Bestimmung von Spurenverunreinigungen durch Aktivierungsanalyse 121
Cooke, D., siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger: Organic Analysis 298 [L]
Cooke, W. D., siehe Reilley, C. N.
Cooper, A. S., Voorhies, S. J., Buras jr., E. M., und Goldthwait, C. F. Acetylierung von Chromatographierpapier 427
Cornilleau, J., siehe Paris, M. R.

Corwin, N., siehe Ketchum, B. H.
Coryell, C. D., und Sugarman, N. Radiochemische Studien 199
Cosgrove, J. F., siehe Morrison, G. H.
Costa Neto, Cl., siehe Feigl, F.
Costet, C., siehe Dorche, J.
Couillaud, P., siehe Lafon, J.
Cowgill, R. W. Papierchromatographische Trennung von 2- und 3-Phosphoglycerinsäure 386
Cox, C. C., siehe Vanatta, J. C.
Craig, L. C. Trennungen durch Verteilung in verschiedenen Lösungsmitteln 131
McCready, R. M., und McComb, E. A. Bestimmung von Zuckern auf Papierchromatogrammen durch Lichtreflexion 383
Criegee, R., siehe Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Crimmin, W. R. C., siehe Holmes, F.
Crummett, W. B., siehe MacNevin, W. M.
Crump, N. L., und Johnson, N. C. Schnellbestimmung von Perchloraten 369
Currah, J. E., und Beamish, F. E. Bestimmung von Uran mit Ammoniumrhodanid 365
Čůta, F., und Burianec, Z. Bestimmung von Schwefelwasserstoffspuren in Wasserstoff 293
Cuthbertson, W. F. J., Ireland, D. M., und Wolff, W. Nachweis einiger Stoffwechselprodukte von Isonicotinsäurehydrazid 157

Dammers, H. F., siehe Kortland. C.
Damsgaard-Sörensen. Bestimmung von organischer Phosphorsäure im Boden 43
Daniels, R. C., siehe Wilson, R. F.
Dannacher, S., und Staub, M. Bestimmung des Fleischgehaltes in Suppenpräparaten 440
Das, M. N. Alkalimetrische Bestimmung von Quecksilber 224
Datta, S. K. Analytical Aspects of some Azo Dyes from Chromotropic Acid, Part IV. Spectrophotometric Determination of Thorium with 2-7-di-(4-Sulphonaphthyl-azo)-1,8-dihydroxy-naphthalene-3,6-di-sulphonic acid (di-SNADNS) 347 [Or]
Datta, S. K., und Banerjee, G. Bestimmung von Thorium mit p-Aminosalicylsäure 237
Davenport, J. B. Verteilungschromatographie aliphatischer Hydroxamsäuren 431
David, S., und Monnier, J. Chromatographische Trennung flüchtiger Fettsäuren 318
Davidson, J. Bestimmung von Milchsäure in Milch 57
Davis jr., D. G., und Hershenson, H. M. Spektralphotometrische Bestimmung von Kupfer in Legierungen und Erzen 455
Decker, C., Girardet, A., Golaz, P., und Regamey, R. Bestimmung von Nicotin und Teerprodukten in Zigaretten 442. — Siehe auch Girardet, A.
Deckert, W. Eisen(III)-rhodanidpapier als analytisches Reagens bei Luftuntersuchungen 421 [Or]
Dedic, G., siehe Gorbach, G.
Degens, P. N., Evans, H. C., Kommer, J. D., und Windsor, P. A. Bestimmung anionaktiver Waschmittel in Abwasser 454
Delahay, P., und Mamantov, G. Voltammetrie bei konstantem Strom 204
Deliwala, C. V., siehe Kupchan, S. M.
Denison jr., F. W., und Phares, E. S. Chromatographische Untersuchung von Zuckerrübenprodukten 51
Derkosch, J., Jansch, H., Leutner, P., und Mayer, F. X. Nachweis und Bestimmung von E 605 160
Derkosch, J., und Mayer, F. X. Nachweis und Bestimmung von E 605 und Dimethylparathion 160
Deshmukh, G. S. Bestimmung von Thallium(I) durch Oxydation mit Cyanoferrat(III) 231
Deshmukh, G. S., und Venugopalan, M. Bestimmung von rotem Phosphor 238
Deshusses, J. Colorimetrische Bestimmung von p-Oxybenzoesäure und ihren Estern in Fruchtsäften 395
Dey, A. K., siehe Mukherji, A. K.
Diekmann, A., siehe Neuwald, F.
Dietzel, R., und Paul, W. Bestimmung von Pyramidon 131
Dill, W. A., siehe Glatzko, A. J.
Dilts, R. V., und Furman, N. H. Coulometrische Bestimmung von Cyanoferrat(II) 373
Dinerstein, R. A., siehe Winters, J. C.
Dixon, P., siehe Canning, R. G.

Doležal, J., siehe Přibil, R.
McDonald, J., siehe Foster, G. E.
Donath, W. F. Halbquantitative Bestimmung von Koproporphyrin III im Harn 138
Dorche, J., Rollet, M., und Costet, C. Flammenphotometrische Analyse von Arzneimitteln 196
Dowdall, J. P., Sinkinson, D. V., und Stretch, H. Hochfrequenztitrimeter und ihre Anwendungen 202
Doyle, G. J., siehe O'Konski, Ch. T.
Dresner, H., siehe Pinter, T.
Drost, J. R., siehe Boldingh, J.
Dubost, P., und Pascal, S. Bestimmung von Largactil 70. — Papierelektrophoretische Analyse der Serumproteine 151
Duke, F. R., siehe Smith, G. F.
Dumazert, C., und Bozzi-Tichadou, M. Eluierung von Substanzflecken aus Papierchromatogrammen 212
Dunlap, F. L., siehe Chittick, J. R.
Dunton, P., siehe King, A. G.
Dupée, L. F., und Gardner, K. Schnellanalyse von Monochloressigsäure 429, 430
Dupuis, T. Gravimetrische Bestimmung von Wolfram mit Chloropentamminkobalt(III)-chlorid 363
Durrum, E. L. Elektrophoretische Technik 151
Dutoit, P., und Grobet, E. Thermometrische Titrationen 220
Duval, Cl. Thermische Beständigkeit einiger Salze 282

Eberius, E., und Kowalski, W. Der Einfluß des Methanols auf die Wasserbestimmung mit Karl-Fischer-Lösung 13 [Or]
Eckert, Th. Identifizierung substitutierter aliphatischer Amine 317
Eddy, C. R., Barnes, M.-A., und Fenske, Ch. S. Ultrarotspektren von 20-Isosapogeninacetaten 437
Edelhausen, L., siehe Blom, L.
Eden, T. Jodometrische Verfolgung des Fermentationsprozesses bei schwarzem Tee 441
Edmonds, S. M., siehe Birnbaum, N.
Eegriwe, E. Reaktion von Formaldehyd mit Chromotropsäure 297
Eger, Ch. Bestimmung kleiner Mengen Chlorat in Perchlorat 369. — Bestimmung von Nitroglycerin mit Brucin 369
Eichel, H. J. Bestimmung kleiner Mengen Cholindehydrogenase 147
Eichler, O., und Hindemith, H. Bestimmung von Aceton und β-Oxybuttersäure 301
Eistert, B., siehe Houben-Weyle, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Eldjarn, L., Nygaard, O., und Sveinsson, S. L. Vergleich von Calciumbestimmungsmethoden im Serum 135
Elson, L. A., und Morgan, W. T. J. Bestimmung von Glucosamin im Serum 152
Elvidge, J. A., und Whalley, M. Chromatographische Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Aldehyd- und Ketongemischen 313
Elving, Ph. J., siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger: Organic Analysis 298 [L]
Engel, L. L., siehe Baggett, B.
Epštein, J. A., und Fomina, M. P. Sichtbarmachung von Guanidin auf Papierchromatogrammen 52
Epton, S. R. Methylenblautitration anionaktiver Substanzen 43
Erdey, L., und Bodor, E. Ascorbinsäure als reduktometrisches Reagens 30
Erdey, L., und Svehla, G. Ascorbinometrische Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) 407 [Or]
Erdmann-Müller, G. J., siehe Klingmüller, V.
Erne, K., und Canbäck, T. Fluorimetrische Bestimmung von Noradrenalin 68
Esch, W., und Nitsche, R. Nachweis von Füllstoffen in Kunstharzerzeugnissen 122
Eschmann, H., siehe Potterat, M.
Esposito, R. G., und Williams, W. L. Bestimmung von Penicillin nach der Plattenmethode 56
Evans, H. C., siehe Degens, P. N.
Everett, G. W., siehe Reilley, C. N.

Fabre, R., und Truhaut, R. Bestimmung von Trichloräthylen in Luft und in biologischem Material 447
Fagel jr., J. E., siehe Simons, E. L.
Fajans, E. W., siehe Naftel, J. A.
Fales, F. W. Bestimmung von Calcium im Serum 135
Faller, F. E. Analyse von Reinstaluminium 461
Fanto, R., siehe Zeisel, S.

Faraggi, S., siehe Wenger, P.-E.
Farmilo, C. G., siehe Bartlet, J. C.
Farooq, M. O., und Siddiqui, M. S. Analyse eines Fettsäuregemisches nach der Esterfraktionierungsmethode 317
Fauconnet, L., siehe Girardet, A.
Feibusch, A. M., siehe Gordon, L.
Feichtinger, H. Apparatur zur Schnellanalyse von Gasen 359
Feigl, F., und Costa Neto, Cl. Mikronachweis von Molybdän, Wolfram und Vanadin 363
Feigl, F., und Feigl, H. E. Nachweis von Ephedrin und Adrenalin 73
Feigl, F., und Hainberger, L. Nachweis von Natriumdithionit und Rongalit 297. — Nachweis von Formaldehyd nach Eegriwe 311. — Nachweis von o-Diphenolmethyläther 433
Feigl, F., und Vokač, L. o-Dinitrobenzol, Tüpfelreagens in der organischen Analyse 307
Feigl, H. E., siehe Feigl, F.
Fenske, Ch. S., siehe Eddy, C. R.
Fernelius, W. Herstellung von Dichloro-bis-(äthylendiamin)-kobalt-(III)-chlorid 288
Fielding, L. L., siehe Baggett, B.
Filk, H., Stürmer, E., und Loeser, A. Bestimmung von Nicotin in Zigarettenrauch 54
Fischbach, H., siehe Levine, J.
Fischer, R., und Hecht, M. Bestimmung von Mutterkornalkaloiden 80
Fischer, R., und Resch, H. Wertbestimmung ätherischer Öle 126
Fischer, W., Paul, R., und Abendroth, H.-J. Abtrennung kleiner Mengen Phosphorsäure von Eisen und Vanadin 286
Fisher, H., Hansen, R. G., und Norton, H. W. Quantitative Bestimmung von Glucose und Galactose 384
Fisher, S., und Kunin, R. Schnelle Bestimmung des Austauschvermögens von Ionenaustauschern 274
Flaschka, H. Komplexometrische Bestimmung von Blei 121. — Komplexometrische Bestimmung von Eisen mit Variaminblau B als Indicator 373. — Siehe auch Holasek, A.
Flaschka, H., und Abdine, H. Komplexometrische Bestimmung von Kobalt und Nickel 376
Flaschka, H., und Holasek, A. Bestimmung von Phosphat 287
Flaschka, H., und Sadek, F. Über einen neuen, hochselektiven Nachweis von Zirkonium mittels Brenzcatechinvioletts in Gegenwart von Komplexon 339 [Or]
Florey, K., siehe Tennent, D. M.
Fomina, M. P., siehe Epštein, J. A.
Fontana, P., und Martelli, R. Bestimmung von Äthylen-bis-dithiocarbaminaten in Fungiciden 48
Fontana, P., und Pastorelli, L. Bestimmung von Kupfer- oder Zinkäthylen-bis-dithiocarbaminat 49
Forbes, G. B., und D'Ambruso, M. Bestimmung von Natrium in Knochen durch Ionenaustauschchromatographie 133
Forist, A. A., und Speck jr., J. C. Cerimetrische Bestimmung von Zuckern 382
Foster, G. E., McDonald, J., und Jones, T. S. G. Bestimmung von Mutterkornalkaloiden 240
Foster, L. M., und Gaitanis, C. D. Bestimmung von Phosphor in Aluminium und Aluminiumoxyd mittels Aktivierungsanalyse 457
Foti, S. C., siehe Shipmen, W. H.
Fournier, R. Papierchromatographische Trennung der Metalle eines Platinerzes 377
Franc, J. Papierchromatographische Trennung von Dinitrobenzolen, Dinitronaphthalinen und Dinitroanthrachinonen 389
Franc, J., und Latinák, J. Beziehung zwischen R_f-Wert und Dipolmoment 390
Franklin, T. C., und Roth, C. C. Colorimetrisches Coulometer 205
Franzke, C. Nachweis von tierischen Fremdfetten in Hühnerfett 399
Fraser, J. G., Beamish, F. E., und McBryde, W. A. E. Bestimmung von Palladium nach dem Probierverfahren in Bleikörnern 378
Frear, D. E. H. Colorimetrische Bestimmung von Kupfer 49
Freytag, H. Untersuchung von Kaltwellpräparaten 59
Frith, M. L., und Wright, S. E. Papierchromatographie von reinem Lanatosid C 129
Frömming, K. H., siehe Schenck, G.
Fuchs, L. Bestimmung wasserlöslicher Mutterkornalkaloide 80. — Siehe auch Pöhm, M.

Fuchs, L., und Pöhm, M. Papierchromatographische Bestimmung von Mutterkornalkaloiden 239
Fuji, K., siehe Akiyama, T.
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.
Fujiwara, K. Reaktion von Trichloräthylen und Trichloressigsäure mit Pyridin 447
Fujiwara, M., siehe Akiyama, T.
Furman, N. H. Cerimetrische Bestimmung von Antimon(III) 111. — Siehe auch Bottei, R. S., sowie Dilts, R. V., und Reilley, C. N.
Furrer, H., siehe Staub, M.

Gabrielson, G. Bestimmung von Natrium und Kalium in Lösungen komplexer Cyanide 216
Gadamer-Schuphan, Bestimmung von Senföl 55
Gaede, K., siehe von Holt, C.
Gagliardi, E., und Haas, W. Metallfällungen mit monosubstituierten Dithiocarbaminaten 280
Gaitanis, C. D., siehe Foster, L. M.
Gál, Gy., siehe Tokár, G.
Gallo, U., siehe Anastasi, A.
Gander, K. F. Papierchromatographischer Nachweis von Antioxydantien 399
Gann, W. Spektralphotometrische Mikrobestimmung von Silicium in Kathodennickel 254 [Or]
García-Morato-Castaño, V. Colorimetrische Bestimmung von Amylase im Blut 147
Gardner, D. E., siehe Smith, F. A.
Gardner, K., siehe Dupée, L. F.
Garlock, E. A., siehe Levine, J.
Gasparič, J., siehe Večeřa, M.
Gasser, J. K. R. Colorimetrische Bestimmung von Magnesium mit Eriochromschwarz 219
Gast, J. H., siehe Rappoport, D. A.
Gautier, J.-A., Mises au point de Chimie Analytique pure et appliquée et d'Analyse Bromatologique 3. Serie 193 [L]
Geilmann, W., und Brettschneider, G, Chromatverfahren zur Bestimmung von Sulfat als Bariumchromat 306
Genge, J. A. R., Holroyd, A., Salmon, J, E., und Wall, C. G. L. Trennung des dreiwertigen Eisens von zweiwertigen Metallen 373
Gentry, C. H. R., und Sherrington, L. G. Bestimmung von Zinn 305
Gergely, Gy., und Váradi, F. P. Einfaches hochempfindliches Flammenphotometer 194. — Flammenphotometrische Bestimmung von Barium, Strontium und Calcium 222
Gerhold, M., und Hecht, F. Bestimmung von Uran mit Ammoniumrhodanid 365
Gerlach, E., und Weber, E. Papierchromatographische Trennung der Phosphorsäureester des Nierengewebes 146
Gerthsen, C., siehe Bechert, K.
Geyer, R. Titration von Fluor-Ion 321
Gibbs, H. D. Bestimmung von Phenol 432
Gibson, J. G., siehe Buckley, E. S.
Ginsberg, H., Leichtmetallanalyse 3. Aufl. 119 [L]
Girardet, A., Fauconnet, L., Bisaz, S., Decker, C., und Pouterman, E. Bestimmung von Nicotin und Teerprodukten in Zigaretten 442. — Siehe auch Decker, C.
Gireesan, S., und Viswanathan, A. Bestimmung von Arsen(III) und Antimon(III) mit Kaliumdichromatlösung 287
Giri, K. V., und Rao, N. A. N. Ringpapierchromatographie 222
Glatzko, A. J., Dill, W. A., Wolf, L. M., und Miller, C. A. Bestimmung von Milontin 148
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Glendening, B. L., siehe Schrenk, W. G.
Glover, H. G. Bestimmung kleiner Mengen Kohlenmonoxyd in Luftproben 446
Gmelin. Handbuch der anorganischen Chemie. 8. Aufl., System Nr. 60 u. 44 271 [L]
Goddu, R. F., LeBlanc, N. F., und Wright, C. M. Spektrophotometrische Bestimmung von Estern und Anhydriden 430
Götte, H., und Pätze, D. Papierchromatographische Trennung der Seltenen Erden 230. — Siehe auch Peixoto-Cabral, J. M.
Golaz, P., siehe Decker, C.
Goldbaum, L. R. Bestimmung von Barbituraten 64
Goldberg, G., siehe White, J. C.
Goldblum, K. G. Untersuchung von Phenolformaldehydharzen durch Verdünnungspapierchromatographie 123
Goldthwait, C. F., siehe Cooper, A. S.

Goodban, A. E. ,siehe Stark, J. B.
Gopala Rao, G., und Bhaskara Rao, K. Dichrometric Estimation of Phosphite and Hypophosphite. Silver Salt Catalysis 333 [Or]
Gopala Rao, G., und Muralikrishna. U. Maßanalytische Bestimmung von Kaliumpermanganat und -dichromat nebeneinander 371
Gopala Rao, G., Panduranga Rao, V., und Venkatamma, N. C. A new Volumetric Method for the Estimation of Uranium VI through Photochemical Reduction with Alcohol 178 [Or]
Gopala Rao, G., und Veereswara Rao, U. Ascorbic Acid as a Reducing Agent in Quantitative Analysis. Part II. Estimation of Mercuric Chloride through Reduction to Mercurous Chloride 29 [Or]. — Siehe auch Panduranga Rao, V., sowie Viswanadhan, C. R.
Gorbach, G. Capillarphotometer 200
Gorbach, G., Koch, O. G., und Dedic, G. Mikrophotometrische Bestimmung geringer Mengen Phenol 432
Gordon, L., und Feibusch, A. M. Colorimetrische Bestimmung von Cer 228
Gordon, M. W., und Nurnberger, J. I. Bestimmung von Vollblut in homogenisiertem Gewebe 155
Gorsuch, T. T., und Posner, A. M. Colorimetrische Bestimmung von Calcium 221
Gottlieb, O. R. Gerät zur Titration ohne Farbstoffindicatoren 356
Grafius, M. A., siehe Sands, A. E.
Grandjean, H. H., siehe Rosenmund, K. W.
Graul, H., siehe Rausch, L.
Grebenovský, E., und Řezáč, Z. Titration von Formaldehyd mit Hydroxylaminchlorhydratlösung 309
Green, L. G., siehe Grunbaum, B. W.
Green, T., Howitt, F. O., und Preston, R. Trennung von Fettsäuren durch Umkehrphasenchromatographie 319
Greenberg, L. A., Lester, D., und Haggard, H. W. Bestimmung von Nicotin 54
Greif, R. L., siehe Hiller, A.
Gripenberg, S. Bestimmung von Calciumcarbonat 101
Grobet, E., siehe Dutoit, P.
Grotheer, M. P., siehe Lambert, J. L.
Grubb, W. T., und Zemany, P. D. Röntgenspektralanalyse von Spurenelementen nach Trennung an Ionenaustauschern 198
Gruhn, I., siehe Schmidt, F.
Grunbaum, B. W., und Kirk, P. L. Mikropipette 362
Grunbaum, B. W., Kirk, P. L., Green, L. G., und Koch, C. W. Kjeldahl-Aufschlüsse im zugeschmolzenen Rohr 302
Grunze, H., und Thilo, E. Papierchromatographische Trennung kondensierter Phosphate 391
Gübeli, O., und Jacob, A. Colorimetrische Bestimmung von Zirkonium mit Alizarin S 235
Guérin, H., siehe Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique 193 [L]
Gupta, J., siehe Sarma, B.
Gustafsson, L. A., siehe Nydahl, F.
Guymon, J. F., und Nakagiri, J. Bestimmung von höheren Alkoholen 397
Gyenes, I. Titration von Mutterkornalkaloiden in wasserfreier Lösung 240
Gyenes, I., und Váli, A. Bestimmung von Saccharinnatrium 69

Haas, W., siehe Gagliardi, E.
Habeeb, A. F. S. A., siehe Shotton, E.
Haberland, G. L., Bruns, F., und Altman, K. I. Trennung und quantitative Bestimmung von Hippursäure und deren Derivaten 382
Hadorn, H., und Jungkunz, R. Erkennung der Alterung des Hühnereis 440
Häfliger, O., siehe Brossi, A.
Hagenström, U. Bestimmung ätherischer Öle in Drogen 126. — Siehe auch Neuwald, F.
Haggard, H. W., siehe Greenberg, L. A.
Hagihara, F. Papierelektrophoretische Untersuchung von Antikörpern 152
Hagiwara, Z., siehe Kato, T.
Hahn, F. L. Maßanalytische Bestimmung von Kalium auf Grund der Fällung als Tetraphenyloborat 216. — Bestimmung von Kalium, Ammonium und organischen Basen mit Natriumtetraphenyloborat 281
Hahofer, E., und Hecht, F. Bestimmung von Uran 366

Hainberger, L., siehe Feigl, F.
Hais, I., und Zbudovská, O. Papierchromatographische Trennung von Alkaloiden 75. — Siehe auch Zbudovská, O.
Hais, I. M., siehe Rybář, D.
Hale, D. K. Methode der Ionenaustausch-Papierchromatographie 275
Hall, G. E., und Lucas, C. C. Bestimmung von Cholinesterase 146
Hall, R. T., und Shaefer, W. E., siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger, Organic Analysis 298 [L]
Hallam, H. E. Bestimmung von Amiden 316
Halpern, E., siehe Mosbach, E. H.
Halstrøm, F. Gravimetrische Bestimmung von Barbituraten 148. — Siehe auch Bonnichsen, R.
Hamilton, P. B. Gerät zur Abmessung der Volumina chromatographischer Fraktionen 213
Hannse, H., siehe Schenck, G.
Hansard, S. L., siehe Comar, C. L.
Hansen, R. G., siehe Fisher, H.
Hara, K., siehe Ito, T.
Hara, R., und West, Ph. W. Hochfrequenztitrimetrische Bestimmung von Thorium mit Komplexonlösung 237
Harel, S., Herman, E. R., und Talmi, A. Bestimmung von Silicium in Gegenwart von Fluor 233
Harms, J., und Jander, G. Titration von Fluor-Ion in Gegenwart von Alkohol 322
Harries, G., siehe Irving, H.
Harrison, A., siehe Winteringham, F. P.
Hartkamp, H., und Specker, H. Papierchromatographische Trennung anorganischer Ionen mit Tetrahydrofuran-Salzsäuregemischen 211
Hartley, A. M., und Lingane, J. J. Coulometrische Bestimmung von Thallium(I) 231
Hartley, A. W., siehe Stephenson, W. H.
Harvey, H. W. Bestimmung von Phosphor nach der Molybdänblaumethode 451
Haslam, J., und Hill, R. V. Nachweis von Füllstoffen in Phenol-Formaldehyd-Kunstharzerzeugnissen 122
Haslinger, R., und Strunz, W. Colorimetrische Bestimmung von Pyramidon im Serum 157
Hausman, E. R., siehe McAnally, J. S.
Hecht, F., siehe Gerhold, M., sowie Hahofer, E., und Tomić, E.
Hecht, M., siehe Fischer, R.
Hein, F., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Heise, E., und Kimbel, K. H. Reaktionen von Thiobarbitursäurederivaten 67
Henecka, H., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Hennig, I., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Henning, G. J. Selektivität und Spezifität organischer Reagentien 278
Henze, R. E. Verteilungschromatographische Trennung aliphatischer Alkohole 429
Herman, E. R., siehe Harel, S.
Herriot, R. M. Spektrophotometrische Bestimmung von Gesamtpenicillin in Arzneipräparaten 125
Hershenson, H. M., siehe Davis jr., D. G.
Hesse, G. Grundlagen und neue Erkenntnisse der Säulenchromatographie 213
Hester, W. F., siehe Clarke, D. G.
Heuser, E., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Hewaidy, I. F., siehe Issa, I. M.
Heyndrickx, G. V., und de Vleeschauwer, A. Elektrophorese von Menschenblutserum 151
Heyndryckx, P., siehe Lacourt, A.
Heyrovský, J. Elektronisches Polaroskop 202
Higashi, S., siehe Ishibashi, M.
Higuchi, T., siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger, Organic Analysis 298 [L]
Hill, R. V., siehe Haslam, J.
Hill, W. H., und Johnston, M. S. Photometrische Bestimmung von Dekaboran 225
Hiller, A., Greif, R. L., und Beckmann, W. Vorschrift zur Durchführung der Biuret-Reaktion 439
Hindemith, H., siehe Eichler, O.
Hirano, Sh., und Kurobe, M. Darstellung von 0,1 n Säuren 282
Hirose, K., siehe Ishibashi, M.
Hobart, S. R., siehe Buras jr., E. M.

Holasek, A., und Flaschka, H. Bestimmung von Magnesium in biologischem Material 134. — Siehe auch Flaschka, H.
Holleman-Richter, Lehrbuch der organischen Chemie, 31. u. 32. Aufl. 299 [L]
Holmes, F., und Crimmin, W. R. C. Anthranilsäure als Reagens 285
Holroyd, A., siehe Genge, J. A. R.
von Holt, C., Voigt, K. D., und Gaede, K. Gerät zur Untersuchung der Eiweißverderbnis 440
Holzbecher, Z. Fluorimetrische Bestimmung von Zink 223
Hoppe, W. Apparatur zur Mikroabsorptionsanalyse 196
Horn, D., siehe Poethke, W.
Hornig, A., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Hoshino, Y., siehe Ito, T.
Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Hourigan, H. F., und Robinson, J. W. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium in Reinaluminium 461
Howitt, F. O., siehe Green, T.
Huhn, W. Bromometrische Bestimmung von Morphin 78
van Hulle, E., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Hunold, G. A. Bestimmung von Trichloräthylen in Luft und von Trichloressigsäure im Harn 447
Hurdy, J. A., und Mair, R. D. Bestimmung von Spuren Schwefel in organischen Substanzen 305
Hurlbert, R. B., siehe Busch, H.
Huyck, C. L., siehe Zimmer, A. J.

Iggo, B., siehe Owen, J. A.
Inoue, S., siehe Yamagishi, M.
McIntyre, I. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Serum und Urin 136
McIntyre, R. T., siehe Berg, E. W.
Iosikova, V. M. Colorimetrische Bestimmung der Qualität von Azoribamin 444
Ireland, D. M., siehe Cuthbertson, W. F. J.
Irving, H., und Rossotti, H. S. Wirksamkeit organischer Reagentien für die qualitative und quantitative Analyse 358
Irving, H., Rossotti, H. S., und Harries, G. Bestimmung der Dissoziationskonstanten zweibasischer Säuren 358
Isagai, K., und Takeshita, N. Komplexometrische Bestimmung von Chromat 362
Ishibashi, M., Fujinaga, T., Tatsumi, T., und Hirose, K. Elektrolytische Bestimmung von Nickel in Gegenwart von Zink 376
Ishibashi, M., und Higashi, S. Colorimetrische Bestimmung von Thorium in natürlichen Wässern 451
Ishimori, T., und Ueno, K. Markiertes Dichloro-bis-(äthylendiamin)-kobalt(III)-chlorid als Fällungsreagens für Antimon 288
Ismailzade, I. G., siehe Mamedaliev, Ju. G.
Issa, I. M., und Hewaidy, I. F. Volumetrische Bestimmung von Mangan(II) 370
Ito, T., Hara, K., und Hoshino, Y. Bestimmung kleiner Manganmengen in Natronlauge 370
Iwase, A., siehe Matsuo, T.

Jaboulay, B. E. Trennung von Niob und Tantal 292
Jacob, A., siehe Gübeli, O.
Jacobsson, L., und Paulsen, L. Absorptionsmaximum von Kreatininlösungen 149
Jäger, H. Bestimmung von Alliin und Allicin in Knoblauch 63
James, A. E., siehe Ravin, L. J.
Jamieson, G. S., siehe Baughman, W. F.
Janák, J., und Rusek, M. Bestimmung von Olefinen in Gasen 448
Janák, J., Rusek, M., und Lazarev, A. Chromatographische Trennung und Bestimmung von Cycloparaffinen 428
Jander, G., und Wendt, H. Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie, 2. Aufl. 192 [L]. — Siehe auch Harms, J.
Janecke, J., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Janke, A., und Jirak, L. Erkennung der Alterung des Hühnereis 440
Jansch, H., siehe Derkosch, J.
Jatzkewitz, H. Papierchromatographischer Nachweis von Alkaloiden und Suchtmitteln im Harn 159

Jean, M. Turbidimetrische Bestimmung von Zinn 305. — Reduktion von Phosphor- und Arsenmolybdänsäure 287
Jelínková, V., siehe Přibil, R.
Jensen, K. B., siehe Svendsen, A. B.
Jenšovský, L., siehe Marha, K.
Jentzsch, D. Anwendung von Ionenaustauschern in der analytischen Chemie. VII. Mitteilung. Quantitative Trennungsmöglichkeiten und ihre Anwendung auf praktische Probleme 241 [Or]
Jiménez-Gómez, S., siehe Burriel-Martí, F.
Jirak, L., siehe Janke, A.
Johannesen, B. Papierchromatographische Bestimmung von Ascorbinsäure in Hagebuttenextrakt 130
Johns, R. H., siehe Reilley, C. N.
Johnson, E. I., und Polhill, R. D. A. Bestimmung von Bleispuren in Nahrungsmitteln 445
Johnson, N. C., siehe Crump, N. L.
Johnson, R. H., siehe Bricker, C. E.
Johnston, M. S., siehe Hill, W. H.
Johnston, V. D., siehe Porcaro, P. J.
Jones, T. S. G., siehe Foster, G. E.
de Jong, J. C., und Lenstra, J. B. Bestimmung von Jod in Arzneimitteln 132
de Jonge, A. P. Papierchromatographische Trennung von Fettsäuren 318
Jongen, G. H., siehe Berkhout, H. W.
Jordan, A. Potentiometrische Titration von Chloriden in biologischen Flüssigkeiten 142
Joshi, R. H. Colorimetrische Schnellbestimmung organischer Substanz in der Erde 46
Joslyn, M. A., siehe Smit, C. J. B.
Jung, J., siehe Scharrer, K.
Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.
Jungreis, E., siehe Bobtelsky, M.
Jura, W. H. Polarographische Prüfung der Reinheit von Malathion 48
Jurenka, W., siehe Kurtenacker, A.

Kainz, G., und Schöller, F. Bestimmung primärer Aminogruppen mit salpetriger Säure 316
Kaiser, F. Papierchromatographische Trennung von Herzgiftglucosiden 128
Kajimura, T., und Yamamoto, Sh. Polarographische Analyse von Phenylquecksilberacetat 47
Kalinsky, H. J., siehe Mosbach, E. H.
Kalvoda, R., und Macků, J. Oscillographische Polarographie 202
Kambara, T., siehe Shiokawa, T.
Kanda, Z., und Sekiya, A. Papierchromatographie von Digitoxin 128
Karchmer, J. H., siehe Nicholson, M. M.
Karrman, K. J., und Borgström, S. Mikrobestimmung von Magnesium in biologischem Material 134
Karsten, P., Kies, H. L., und Walraven, J. J. Turbidimetrische Bestimmung von Zinn 305
Kato, T., Hagiwara, Z., Shinozowa, R., und Tsukada, S. Komplexometrische Bestimmung von Pyrophosphat und Orthophosphat 286
Katz, A. Nachweis von Hellebrin 129
Kaufmann, H. P. Jodzahlbestimmung 61
Kaufmann, H. P., und Arends, W. Bromometrie arzneilich wichtiger Verbindungen 60
Kaufmann, H. P., und Kohlmeyer, H.-G. Papierchromatographische Trennung von gradzahligen n-Alkoholen und ihren Mischungen mit Oleylalkohol, Cholesterin und Fettsäuren 315
Kaufmann, H. P., und Nitsch, W. H. Papierchromatographische Trennung höherer, ungesättigter Fettsäuren 319
Kávai, M., siehe Almássy, Gy.
Kavanagh, D., siehe Bartlet, J. C.
Kawaguchi, H. Colorimetrische Mikrobestimmung von Bor in Wässern, Pflanzen, Erzen und Metallen 451
Kawinski, H., siehe Steiner, M.
MacKay, D. C., und DeLong, W. A. Genauigkeit der Bestimmung von Kalium, Calcium und Magnesium in Böden und Pflanzen 43
Keen, D. J., siehe Ketchum, B. H.
Keller, E. Bestimmung von Selen 297
Keller, G. J., siehe Kirchner, J. G.
Kelly, F. H., siehe Mayer, S. W.
Kendall, F. E., siehe Mosbach, E. H.
Kenigsberg, M., und Stone, I. Bestimmung von Nickel in Bier 398
Kennedy, E. P., und Barker, H. A. Papierchromatographische Untersuchung von Zuckerrübenprodukten 51
Kenner, Ch. T., siehe Pinkston, J. L.
Kenyon, O. A., und Oplinger, G. Bestimmung von Magnesium in Alkaliverbindungen 220

Kern, W., und Salzmann, O. Prüfung von Salbengrundlagen 133
Kershaw, F. G., siehe Strafford, N.
Ketchum, B. H., Corwin, N., und Keen, D. J. Bestimmung des organischen Phosphors in Seewasser 451
Keutmann, Z. H., siehe Burton, R. B.
Kharasch, N., und Wald, M. M. Titration von aromatischen Sulfenylhalogeniden 434
Khouvine, J., siehe Zalta, I. P.
Kienitz, H., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Kies, H. L., siehe Karsten, P.
Kimbel, K. H., siehe Heise, E.
King, A. G., und Dunton, P. Bestimmung von Thorium durch Röntgenfluorescenzspektrometrie 236
Kinney, C. R., siehe Cody, A. F.
Kinnunen, J., und Merikanto, B. Komplexometrische Bestimmung von Zink mit Zincon als Indicator 224
Kinnunen, J., und Wennerstrand, B. Entfernung von Phosphat sowie Bestimmung von Arsen und Titan 277
Kirchner, J. G., Miller, J. M., und Keller, G. J. Chromatostrip-Methode 59
Kirk, P. L., siehe Grunbaum, B. W.
Kitagawa, H., und Aimoto, Y. Spektrophotometrische Bestimmung von Chrom in Kupferlegierungen 459
Klein, E. Mikrobestimmung von Jod in Blut 142
Klejbs, G. A. Fällungsreaktion von Cyanoferrat(II) mit Silbersalz 374
Klemm, W. Anorganische Chemie, 8. Aufl. 272 [L]
Klingenberg, J. J., siehe Papucci, S.-R. A.
Klingmüller, V. Destillationsapparat nach Parnas 301
Klingmüller, V., Erdmann-Müller, G. J., Rausch-Stroomann, J.-G., und Bune, G. Modifikation des Destillationsapparates nach Parnas 301
Klungsöyr, L., und Stöa, K. F. Bestimmung der Sauerstoffsättigung von Hämoglobin 140
Klungsöyr, L., Stöa, K. F., und Sörensen, S. Bestimmung der Sauerstoffsättigung von Hämoglobin 140
Knight, C., und Stephenson, W. H. Bestimmung von NN'-Dibenzyläthylendiamin-dibenzylpenicillin 126
Knobloch, E., und Svátek, E. Prüfung von Chloramphenicol und seine Bestimmung in Blut und Harn 71
Kobayashi, Y., siehe Schayer, R. W.
Koch, C. W., siehe Grunbaum, B. W.
Koch, O. G., siehe Gorbach, G.
Koczy, F., und Titze, H. Eine rasche Präzisionsbestimmung von Kalk in kleinen Sedimentmengen 100 [Or]
Köberlin, W., und Mair-Waldburg, H. Papierchromatographische Bestimmung kondensierter Phosphate in Lebensmitteln, besonders in Schmelzkäse 391
Köhle, H. ABC des Chemielaboranten, 4. Aufl. 193 [L]
Körbl, J. Neuer Katalysator in der organischen Elementaranalyse 299. — Absorptionsröhrchen zur Halbmikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 300
Kőrös, E. Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium nebeneinander 221
Kőszegi, D. Maßanalytische Bestimmung von Hypophosphit 262
Kőszegi, D., und Salgó, É. Maßanalytisches Schnellverfahren zur Bestimmung der Hypophosphite 262 [Or]
Kohlmeyer, H.-G., siehe Kaufmann, H. P.
Kojima, M., siehe Yoshino, Y.
Komar, N. P., und Tretjak, Z. A. Analytisch wichtige Komplexverbindungen des Urans 364
Kommer, J. D., siehe Degens, P. N.
O'Konski, Ch. T., und Doyle, G. J. Streulichtmessung in Aerosolen 215
Kolthoff, I. M., und Langer, A. Einstellung von 1-Nitroso-2-naphthollösungen 372. — Siehe auch Mitchell jr., J.
Korbová, M., siehe Červenka, R.
von Korff, R. W. Spektrophotometrische Bestimmung von Coenzym A 154
Korpáczy, I. Bestimmung von Arginin in Kartoffelknollen 53
Kortland, C., und Dammers, H. F. Bestimmung der Bestandteile oberflächenaktiver Substanzen 43
Koryta, J. Polarographie komplexer Verbindungen 203
Kovács, L., siehe Végh, A.
Kovařík, M., und Moučka, M. Die Anwendung der Pyrogallolcarbonsäure als komplexometrischem Indicator 416 [Or]
Kowalski, W., siehe Eberius, E.

Kraft, L., siehe Wojahn, H.
Kramer, B., und Tisdall, F. F. Bestimmung von Calcium im Serum 135
Kraus, M. Probenehmer zur Gasentnahme 358
Krause, L. A., siehe Waldman, R. K.
Kreiter, V. P., siehe Swain, C. G.
Kroonen, J., siehe Beintema, J.
Kruisheer, C. J. Biochemische Bestimmung von Zuckern in Gemischen 386
Kühn, A. Apparat zur Messung fluorescierender Stoffe auf Papierchromatogrammen 211
Kulonen, E. Papierchromatographie von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen 313
Kummerow, F. A., siehe Chang, S. S.
Kunin, R., siehe Fisher, S.
Kupchan, S. M., Lavie, D., Deliwala, C. V., und Andoch, B. Y. A. Isomerisation von Alkaminen 76
Kurobe, M., siehe Hirano, Sh.
Kurtenacker, A., und Jurenka, W. Titration von Fluor-Ion mit Aluminiumchloridlösung 321
Kurtz, P., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Kuznecov, V. I., und Mjasojedova, G. V. Bestimmung von Thallium mit Hypochlorit in Anwesenheit eines organischen Mitfällungsmittels 232
Kwasniewski, V. Nachweis von Chelidonsäure in pflanzlichem Material 132

Laboratoire Syndical des Chocolatiers et Confiseurs de France, Untersuchung technischer Glucose 42
Lacourt, A. Photometrische Bestimmung von Vanadium auf Papierchromatogrammen 290
Lacourt, A., und Heyndryckx, P. Papierchromatographische Abtrennung und photometrische Bestimmung von Kobalt 375
Lacourt, A., Sommereyns, Gh., und Wantier, G. Einfluß der Atmosphäre im Chromatographiergefäß 210
Ladenbauer, I.-M. Papierchromatographische Bestimmung von Germanium 234
Ladenbauer, I.-M., und Slama, O. Papierchromatographische Abtrennung von Germanium und Bestimmung mit Phenylfluoron 234
Lafon, J., und Couillaud, P. Bestimmung höherer Alkohole in Branntwein 397
Lakin, H. W., siehe Ward, F. N.
Lakshmanan, T. K., und Lieberman, S. Chromatographie mit variiertem Eluans zur Trennung von Ketosteroiden des Harns 211
Lambert, J. L. Colorimetrische Bestimmung von Fluorid 296
Lambert, J. L., Yasuda, S. K., und Grotheer, M. P. Colorimetrische Bestimmung von Sulfat 296
Lange, I., und Petzold, A. Notizen zur Cerimetrie. II. Cerimetrische Titrationen in Gegenwart von Fluorid 24 [Or]
Langejan, M., und van Pinxteren, J. A. C. Bestimmung des Wirkungswertes von Digitalisblättern 129
Langer, A., siehe Kolthoff, I. M.
Lassieur, A. Chemische Charakteristiken anionaktiver Waschmittel 125
Latinák, J. Bestimmung von Anthrachinonsulfonsäuren 436. — Siehe auch Franc, J.
Latorczai, Gy., siehe Sarkadi, J.
Lavie, D., siehe Kupchan, S. M.
Lavruchina, A. K. Mitfällung von Ultramikromengen von Elementen 278
Layne jr., E. C., siehe Bessman, S. P.
Lazarev, A., siehe Janák, J.
Lazarev, A. I., siehe Rjabčikov, D. I.
Lea, C. H. Jodometrische Bestimmung von Peroxydverbindungen 387
Leboeuf, M. B., siehe Connally, R. E.
Leddicotte, G. W., und Reynolds, S. A. Anwendung der radiochemischen Analyse 199
Lederer, E., siehe Gautier, J.-A., Mises au point de Chimie Analytique 193 [L]
Lederer, M. Herstellung von Papier zur Ionenaustausch-Papierchromatographie 275. — Papierchromatographische Trennung der Seltenen Erden 230
Lee, I. L., siehe MacNevin, W. M.
Lee jr., J. E., siehe Susano, C. D.
Lee, T. S., siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger, Organic Analysis 298 [L]
Lees, K. A., und Tootill, J. P. R. Biologische Bestimmung von Penicillin 56
Legény, B., siehe Sarkadi, J.
Lehmann, J. Bestimmung von Calcium im Serum 135

Lehrman, L., und Schneider, P. Nachteile von Thioacetamid als Gruppenreagens in der qualitativen Analyse 276
Leipert, T. Bestimmung von Jod in organischen Substanzen 306
Lenstra, J. B., siehe de Jong, J. C.
Lester, D., siehe Greenberg, L. A.
Leutner, P., siehe Derkosch, J.
Levine, J., Garlock, E. A., und Fischbach, H. Fluorimetrische Bestimmung von Aureomycinhydrochlorid 72
Lieberman, S., siehe Lakshmanan, T. K.
Liebhafsky, H. A., siehe Balis, E. W.
Lingane, J. J., und Pecsok, R. L. Darstellung von Chrom(II)-chloridlösung 308. — Siehe auch Hartley, A. M.
Lippmaa, E. T. Acidimetrische Bestimmung von Phenolen 431
Lister, W. C. Automatischer Fraktionssammler für Chromatographie und Ionenaustauschverfahren 426
Lobachina, O. S., siehe Šemjakin, F. M.
Loeffler, R. K., siehe Rappoport, D. A.
Loeser, A., siehe Filk, H.
Loewenthal, Bestimmung von Tannin und Polyphenolen in Lebensmitteln 393
Long, C. Bestimmung von Milchsäure in Kulturen von Milchsäurebakterien 57
Long, D. R., und Neuzil, R. W. UV-Absorptiometrische Bestimmung von Olefinen 314
Long, L. M., siehe Miller, C. A.
DeLong, W. A., siehe MacKay, D. C.
Longsworth, L. G. Pufferlösung für die Elektrophorese 152
Longwell, J., und Maniece, W. D. Bestimmung anionaktiver Waschmittel im Abwasser 454
Lord, J. W., und Bradley, P. M. Photometrische Bestimmung von Vitamin A in Margarine 442
Lounamaa, K. Die colorimetrische Bestimmung des Kupfers im Blei mittels Diäthylammoniumdiäthyldithiocarbaminat 7 [Or]
Lous, P. Spektrophotometrische Bestimmung von Barbituraten in Körperflüssigkeiten 148
Lovelady, H. G., siehe Wilson, R. F.
Lucas, C. C., siehe Hall, G. E.
Lucena-Conde, F., und Prat, L. Neue Nachweisreaktion für Uranyl-Ionen 364
Lüttringhaus, A., und Ambros, D. Papierchromatographische Trennung von Phenolen, besonders von Phenylphenolen 433
Lüttringhaus, A., und Ruyssen, J. Schwefel als Adsorbens in der Säulenchromatographie 213
Lugg, J. W. H., und Overell, B. T. Chromatographische Technik 320
Lukton, A., siehe Smit, C. J. B.
Lynch, E., siehe Uhrig, K.

Macek, K., Černý, A., und Semonský, M. Papierchromatographisch-Trennungen auf imprägniertem Papier 76, 240
Macek, K., Semonský, M., Vaněček, S., Zikán, V., und Černý, A. Papierchromatographische Trennung der wasserlöslichen Mutterkornalkaloide 240
Macek, K., Vaněček, S., und Vejdělek, Z. J. Papierchromatographische Trennung von Veratrinalkaloiden 76
Macheboeuf, M., Rebeyrotte, P., und Brunerie, M. Apparatur zur Elektrophorese 151. — Siehe auch Munier, R.
Macků, J., siehe Kalvoda, R.
Mader, W. J., siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger, Organic Analysis 298 [L]
Maher, J. R., und Puckett, R. F. Erfahrungen bei der Bestimmung von Barbituraten 64
Mair, R. D., siehe Hurdy, J. A.
Mair-Waldburg, H., siehe Köberlin, W.
Makens, R. F., Vaughan, H. H., und Chelberg, R. R. Polarographische Bestimmung von Dialkyldithiophosphaten 387
Maki, M. Papierelektrophorese in organischen Lösungsmitteln 207. — Ionenkonzentration und Bandbreite in der Papierelektrochromatographie 207. — p_H-Abhängigkeit der Wanderweiten in der Papierelektrochromatographie 208
Makino, K., und Matsuzaki, K. Papierchromatographische Bestimmung von Nucleinsäurekomponenten 158
Malát, M., Suk, V., und Ryba, O. Brenzcatechinviolett als Indicator 339. — Siehe auch Suk, V.

Malínek, M., und Řehák, B. The Potentiometric and Amperometric Determination of Silver with Mercaptophenylthiothiadiazolone and Mercaptobenzthiazole 329 [Or]. — Bestimmung von fünfwertigem Arsen 287
Malissa, H., und Schöffmann, E. Verwendung von substituierten Dithiocarbaminaten in der Mikroanalyse 280
Mallett, B., siehe Bothwell, T. H.
Malowan, L. S. Alizarin als Indicator bei der Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 301
Mamantov, G., siehe Delahay, P.
Mamedaliev, Ju. G., Ismailzade, I. G., Mirzoeva, Š., Zejnalova, T., und Abdullaeva, Ch. M. Analyse der isomeren Dialkylbenzole 389
Maniece, W. D., siehe Longwell, J.
Mannich, C. Darstellung des Morphinäthers 78
Mansur, K., siehe Zimmer, A. J.
Marha, K., und Jenšovský, L. Automatisch registrierendes Photometer 201
Markham, R., und Smith, J. D. Papierchromatographische Untersuchung von Zuckerrübenprodukten 52. — Papierchromatographische Bestimmung von Nucleinsäurekomponenten 158, 159
Markwardt, F. Papierchromatographische Trennung von Oestrogenestern und -äthern 127
Marshall, L. M., siehe Banks, T.
Martelli, R., siehe Fontana, P.
Martin, L. F., siehe Roberts, E. J.
Marvell, C. S., und Rands jr., R. D. Verteilungschromatographie stickstofffreier organischer Säuren 52
Masing, G. Grundlagen der Metallkunde 119 [L]
Mason, D. M., Taylor, L. L., und Vango, S. P. Konduktometrische Schnellanalyse von Salpetersäure 238
Matsuo, H., siehe Shinagawa, M.
Matsuo, T., und Iwase, A. Trennung von Molybdän und Vanadium durch Ionenaustausch 363
Matsuoka, G., siehe Noto, T.
Matsuoka, Y., siehe Yaki, K.
Matsuzaki, K., siehe Makino, K.
Matthias, W. Streifenpapierchromatographie 209
Maurice, M. J., und Rekker, R. F. Photometrische Bestimmung kleiner Mengen Acetaldehyd 312
Maute, R. L., siehe Owens jr., M. L.
Mayer, F. X., siehe Derkosch, J.
Mayer, S. M., Kelly, F. H., und Morton, M. E. Stickstoffbestimmung in Stoffwechselprodukten 139
Mecarelli, E., siehe Anastasi, A.
Medicus-Reuther, Kurze Anleitung zur technisch-chemischen Analyse 119 [L]
Meerwein, H., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Meinhard, J., siehe Bogs, U.
Meites, L. Polarographische Analyse von Lösungen mit zwei reduzierbaren Substanzen 203. — Coulometrische Bestimmung von Kupfer 217. — Polarographische Bestimmung von Nickel- und Zinkspuren in Kupfer und seinen Salzen 460
Melstedt, S. W., siehe Cheng, K. L.
Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.
Metcalfe, L. D., und Schmitz, A. A. Bestimmung hochmolekularer Ketone, z. B. Stearon und Palmiton 313
Middleton, F. M., siehe Braus, H., sowie Rosen, A. A., und Ruchhoft, C. C.
Mierau, H. J., siehe Strache, F.
Miller, C. A., und Long, L. M. Darstellung von Milontin 148. — Siehe auch Glatzko, A. J.
Miller, J. M., siehe Kirchner, J. G.
Milliken, S. R., siehe Cody, A. F.
Milner, G. W. C., und Nall, W. R. Bestimmung von Arsen 304
Mirzoeva, Š., siehe Mamedaliev, Ju. G.
Mitchell jr., J., Kolthoff, I. M., Proskauer, E. S., und Weissberger, A. Organic Analysis, 2. Bd. 298 [L]
Mitchell, L. C. Papierchromatographie von Anthrachinonfarbstoffen 59
Miura, K. Potentiometrische Bestimmung von Thallium(I) 231
Miyahara, H., siehe Sudo, T.
Mjasojedova, G. V., siehe Kuznecov, V. I.
Modiano, J., und Pariaud, J.-Ch. Anwendung des Systems Brom-Quecksilber(II)-sulfat in der anorganischen Analyse 280
Møller, K. O., siehe Bonnichsen, R.
Monnier, D., siehe Wenger, P.-E.
Monnier, J., siehe David, S.
Monroe, R. A., siehe Comar, C. L.
Moran, J. J. Jodbestimmung im Blut 142

Morgan, W. T. J., siehe Elson, L. A.
Mori, M., siehe Aconsky, L.
Morin, Ch. Nachweis von Spuren Arsen und Antimon in pharmazeutisch verwendetem Titanoxyd 63
Morozov, V. A. Bestimmung ungesättigter Kohlenwasserstoffe in Luft 446
Morris, H. J., Calvery, H. O. Arsenbestimmung 304
Morrison, G. H., und Cosgrove, J. F. Bestimmung von Spurenverunreinigungen in Silicium durch Aktivierungsanalyse 121
Morrison, J. D., siehe Baker, B. B.
Morton, M. E., siehe Mayer, S. W.
Mosbach, E. H., Kalinsky, H. J., Halpern, E., und Kendall, F. E. Bestimmung von Desoxycholsäure und Cholsäure in der Galle 153
Mosher, H. S., siehe Williams, H. R.
Mottier, M., und Potterat, M. Nachweis von künstlichen und natürlichen Lebensmittelfarben 394
Moučka, M., siehe Kovařík, M.
Mühlemann, H. Bestimmung von Thymol und Carvacrol 68
Müller, E., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Mueller, W. A., siehe Smith, E. D.
Mukherji, A. K., Sinha, A. K., und Dey, A. K. Qualitative Trennung von Silber, Quecksilber(I) und Blei 277
Munier, R., und Macheboeuf, M. Papierchromatographische Technik 79
Muralikrishna, U., siehe Gopala Rao, G.
Murthy, T. K. S., und Raghava Rao, Bh. S. V. Colorimetrische Bestimmung von Thorium 238. — Siehe auch Tillu, M. M.
Murty, B. V. S. R., siehe Pandu ranga Rao, V.

Naftel, J. A., und Fajans, E. W. Bestimmung von Bor in Düngemitteln 56
Nagy, Z., und Pólyik, E. Papierchromatographische Bestimmung von Germanium 235
Nakabayashi, T. Bestimmung von Tannin in Spyrogyra arcta 54
Nakagiri, J., siehe Guymon, J. F.
Nakamura, N. Hochfrequenztitrationsgerät 202
Nall, W. R., siehe Milner, G. W. C.
Narayana Rao, D., siehe Venkateswarlu, P.
Nash, H. A., und Brooker, R. A. Papierchromatographische Bestimmung von Alkaloiden 76
Natelson, S. Messung von p_H-Werten mit der Glaselektrode 206
Natelson, S., und Penniall, R. Bestimmung von Calcium in menschlichem Serum 134
Nati, G., siehe Odeblad, E.
Nedorost, M., und Šimánek, V. Bestimmung von Naphthensäuren in Wässern und Mineralöl 452
Neisser, K., siehe Slotta, K. H.
Nell, J. P., siehe Strasheim, A.
Németh, G., und Sváb, J. Bestimmung des Alkaloidgehaltes von Lupinusarten 75
Nervik, W. E. Trennung der Seltenen Erden an Ionenaustauschern 230
Neuwald, F., und Diekmann, A. Bestimmung des Wirkungswertes von Digitalisblättern 129
Neuwald, F., und Hagenström, U. Photometrische Bestimmung von Hypericin in Herba Hypericin 70
Neuzil, R. W., siehe Long, D. R.
MacNevin, W. M., und Baker, B. B. Coulometrische Bestimmung von Kupfer 217, 218
MacNevin, W. M., und Crummett, W. B. Trennung von Palladium, Platin, Rhodium und Iridium durch Ionenaustausch 379
MacNevin, W. M., und Lee, I. L. Abtrennung kleiner Quecksilbermengen von Gold 225
Nicholson, M. M., und Karchmer, J. H. Voltammetrische Bestimmung von Blei 235
Niclaus, W., siehe Schober, R.
Nielsch, W. Zur Extraktion und Bestimmung kleinster Mengen Nickeldimethylglyoxim mit Chloroform. Anwendung des Verfahrens zur Bestimmung von Nickel in Kupfersalzen 114 [Or]. — Photometrische Betriebsschnellanalysen 455
Nielsch, W., und Böltz, G. Photometrische Bestimmung von Cadmium in Kupferlegierungen 458. — Photometrische Eisenbestimmung in Kupferlegierungen 459. — Bestimmung von Kupfer in Aluminiumlegierungen 462. — Photometrische Bestimmung von Wismut in Blei 463
Nitsch, W. H., siehe Kaufmann, H. P.

Nitsche, R., siehe Esch, W.
Norris, W. P., siehe Sato, T. R.
Norton, H. W., siehe Fisher, H.
Norwitz, G., siehe Codell, M.
Noto, T., und Matsuoka, G. Bestimmung von Terramycin 71
Novacic, L., siehe Anastasi, A.
Novák, V. Potentiometrische Titrationen mit bimetallischem Elektrodensystem 206
Novikova, E. N., siehe Petrova, L. N.
MacNulty, B. J., und Woolard, L. D. Abtrennung kleiner Mengen Antimon von anderen Ionen 288
Numerof, P., Sassaman, H. L., Rodgers, A., und Schaefer, A. E. Biologische Bestimmung von Vitamin D unter Verwendung von radioaktivem Phosphor 444
Nurnberger, J. I., siehe Gordon, M. W.
Nydahl, F. Bestimmung von Schwefel als Sulfat im Stahl 295
Nydahl, F., und Gustafsson, L. A. Fehler bei der Bestimmung von Sulfat als Bariumsulfat 294
Nygaard, O., siehe Eldjarn, L.

Odeblad, E., und Nati, G. Radiochemischer Nachweis von Beryllium in biologischem Material 218
Oehme, F. Registrierende Hochfrequenzpapierchromatographie 93 [Or]
Ohashi, Sh. Bestimmung des Oxydationswertes nichtflüchtiger organischer Verbindungen 308
Okuda, J., siehe Yagi, K.
Olberg, H. Aminosäure-Zusammensetzung von Blutserum 149
Oplinger, G., siehe Kenyon, O. A.
Ostertag, H., und Rinck, M. E. Bestimmung von Calcium 221, 222
Otero de la Gandara, J., und Tamarit Torres, J. Theoretische Grundlagen der Gegenstromtrennung von Porphyrinen 438
Ott, E. Acetylieren von Chromatographierpapier 427
Overbeck, R. C., siehe Center, E. J.
Overell, B. T., siehe Lugg, J. W. H.
Owen, J. A., Iggo, B., Scandrett, F. J., und Stewart, C. P. Bestimmung von Kreatinin in Plasma, Serum und Urin 149
Owens, H. S., siehe Stark, J. B.
Owens jr., M. L., und Maute, R. L. Nichtwäßrige Titration organischer Säuren und Basen in Acrylnitril 314
Owren, P. A. Bestimmung von Prothrombin in Blut 154
Owren, P. A., und Aas, K. Bestimmung von Prothrombin im Blut 154

Pádr, Z., Šmíd, M., und Šícho, V. Colorimetrische Bestimmung von Ascorbinsäure 444
Pätze, D., siehe Götte, H.
le Page, G. A. Fraktionierung von Extrakten durch Barium-Alkoholfällung 146
Palit, S. R., und Somayajulu, G. R. Alkalimetrische Bestimmung von Quecksilber 224
Palmer, R. F., siehe Rediske, J. H.
Pan, S. C. Bestimmung von o-Oxyphenylessigsäure in Penicillingärlösungen 57
Panduranga Rao, V., Murty, B. V. S. R., und Gopala Rao, G. Volumetric Estimation of Uranium. Part III, with Ceric Sulphate, Using Diphenylbenzidine and N-Phenylanthranilic Acid as Inside Indicators 401 [Or]. — Siehe auch Gopala Rao, G.
Papucci, R. A. Schnellbestimmung von Titan in Titanmetall und Titanlegierungen 464
Papucci, R. A., und Klingenberg, J. J. Bestimmung von Zirkonium in Magnesiumlegierungen 460
Pariaud, J.-Ch., siehe Modiano, J.
Paris, M. R., und Cornilleau, J. Nachweis und Bestimmung von Flavonderivaten 435
Pascal, S., siehe Dubost, P.
Paschke, E. Bestimmung von Glucose mit Kaliumeisen(III)-cyanid 41
Pastorelli, L., siehe Fontana, P.
Patrovský, V. Gleichzeitige photometrische Bestimmung von Vanadium und Molybdän 291
Paul, R., siehe Fischer, W.
Paul, W., siehe Dietzel, R.
Paulsen, L., siehe Jacobsson, L.
Pecsok, R. L., siehe Lingane, J. J.
Peixoto-Cabral, J. M., und Götte, H. Mikrobestimmung von Fluor mit Hilfe von radioaktivem Phosphor 367
Pellerin, F., siehe Gautier, J.-A., Mises au point de Chimie Analytique 193 [L]
Penniall, R., siehe Natelson, S.
Pennini-de-de-Vega, E. Bestimmung von Cholinesterase 146
Pepkowitz, L. P., und Shirley, E. L. Bestimmung von Sauerstoff 359. — Siehe auch Simons, E. L.

Perczel, I., siehe Sarkadi, J.
Perlia, X., siehe Büchi, J.
Perry, R. H., siehe Barker, C. J.
Persiel, H., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Petrikova, M. N., siehe Alimarin, I. P.
Petrova, L. N., und Novikova, E. N. Polarographische Bestimmung von Aldehyden in der Form ihrer 2,4-Dinitrophenylhydrazone 309
Petrovic, C., siehe Südhof, H.
Petzold, A. Notizen zur Cerimetrie. III. Bemerkungen zur cerimetrischen Mikrobestimmung von Antimon nach der Methode von Rathsburg 111 [Or]. — Siehe auch Lange, I.
Pfeiffer, H. G., und Zemany, P. D. Röntgenpunktspektroskopie 198. — Siehe auch Balis, E. W.
Pfeilsticker, K. Spektrochemischer Nachweis der Nichtmetalle mit dem Niederspannungsfunken 194
Pflaum, R. T., und Popov, A. I. Absorptionsspektren der Salze der Übergangsmetalle in Dimethylformamid 357
Pfyl, B., und Schmitt, O. Untersuchung von Zigaretten 442
Phares, E. F., siehe Denison jr., F. W.
Phillips, M., siehe Wilkinson, F. B.
Pien, J. Veraschung organischer Substanzen auf nassem Wege 299. — Siehe Gautier, J.-A., Mises au point de Chimie Analytique 193 [L]
Pietsch, R. Wismuttrennung mit Arsanilsäure 190 [Or]. — Filtration schwer filtrierbarer Niederschläge 361
Pifer, C. W., Wollish, E. G., und Schmall, M. Papierchromatographische Bestimmung von Aspirin 70. — Siehe auch Schmall, M., sowie Wollish, E. G.
Pilgenröther, A., siehe Scharrer, K.
Pinkston, J. L., und Kenner, Ch. T. Bestimmung von Blei in Bleilegierungen und Bleischlacken 121
Pinter, T., und Dresner, H. Colorimetrische Bestimmung von Quecksilber(II)-Ionen 224
van Pinxteren, J. A. C., und Verloop, M. E. Bestimmung von Chlor und Jod in Vioform 132. — Siehe auch Langejan, M.
Pochan. Fehlerquellen von Aräometern in der Zuckerindustrie 362
Pöhm, M., und Fuchs, L. Papierchromatographische Trennung und Bestimmung der Mutterkornalkaloide 239, 240. — Siehe auch Fuchs, L.
Poethke, W., und Horn, D. Acidimetrische Bestimmung von Barbitursäurederivaten 67. — Gehaltsbestimmung von Veramon 131
Pohl, H. Vergleichsmessungen mit Colorimetern und Photometern 201. — Bestimmung von Kupfer 8
Polhill, R. D. A., siehe Johnson, E. I.
Polsky, J. A. Leitfähigkeitsmethode zur Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 305
Pólyik, E., siehe Nagy, Z.
Ponomarenko, A. A. Quantitative Chemoluminescenzanalyse 201. — Nachweis von Wasserstoffperoxyd mit Luminolindicatorpapier 215
Popov, A. I., siehe Pflaum, R. T.
Porcaro, P. J., und Johnston, V. D. UV-spektrophotometrische Bestimmung von Cumarin 434
Posner, A. M., siehe Gorsuch, T. T.
Potter, V. R., siehe Busch, H.
Potterat, M., und Eschmann, H. Bestimmung von Zucker mit Hilfe von komplexonhaltiger Kupferlösung 40, 41. — Siehe auch Mottier, M.
Pottier, R., siehe Gautier, J.-A., Mises au point de Chimie Analytique 193 [L]
Potts jr., W. J. Ultrarotcharakterisierung der Substitution von Seitenketten in Monoalkylbenzolen 389
Pouterman, E., siehe Girardet, A.
Prat, L., siehe Lucena-Conde, F.
Pratt, H. K., siehe Young, R. E.
Preston, R., siehe Green, T.
Přibil, R., Číhalík, J., Doležal, J., Simon, V., und Zýka, J. Komplexometrische Gehaltsbestimmung von Arzneimittelpräparaten 64
Přibil, R., und Jelínková, V. Bestimmung von Phosphat 287
Price, S. A., und Boucher, K. A. Bestimmung von Penicillin in Futtergemischen 56
Přistoupil, I. Zerstäuber für papierchromatographische Zwecke 212
Pro, M. J. Bestimmung von Tannin und Polyphenolen in Lebensmitteln 393
Proskauer, E. S., siehe Mitchell jr., J.
Puckett, R. F., siehe Maher, J. R.
Pulver, R. Bestimmung von Pyramidon 157

Pungor, E., und Schulek, E. Das p-Äthoxychrysoidin als Säure-Basen- und Redoxindicator 161 [Or]. — Neue Theorie der Adsorptionsindicatoren. Das p-Äthoxychrysoidin als Adsorptionsindicator 166 [Or]
Purr, A. Bestimmung des Wassergehaltes von Emulsionen, Salben und Pasten 60
Pursglove, L. A., und Wainwright, H. W. Bestimmung von Kohlenoxysulfid in Industriegasen 449
Purushottam, A., und Raghava Rao, Bh. S. V. Polarographie der Seltenen Erden 230

Quadevlieg, M., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Quentin, K.-E. Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium in Mineralwässern 450

Raaen, H. P., und Thomason, P. F. Verteilungschromatographische Abtrennung des Urans von 31 Metallkationen 366
Racine, J., siehe Blanc, P.
Radhakrishana Murthy, Ch., siehe Sastri, M. N.
Raghava Rao, Bh. S. V., siehe Murthy, T. K. S., sowie Purushottam, A., Sarma, D. V. N., und Subba Rama Rao, K. V.
Rakestraw, N. W., siehe Wooster, W. S.
Ramstad, E. Nachweis von Chelidonsäure 132
Rands jr., siehe Marvel, C. S.
Ranke, E. Papierelektrophoretische Untersuchung der Eiweißverderbnis bei Fischen und Krebsen 440
Rao, Bh. S. V. Raghava, siehe Raghava Rao, Bh. S. V.
Rao, D. Narayana, siehe Narayana Rao, D.
Rao, G. Gopala, siehe Gopala Rao, G.
Rao, K. Bhaskara, siehe Bhaskara Rao, K.
Rao, K. V. Subba Rama, siehe Subba Rama Rao, K. V.
Rao, N. A. N., siehe Giri, K. V.
Rao, U. Veereswara, siehe Veereswara Rao, U.
Rao, V. Panduranga, siehe Panduranga Rao, V.
Rapoport, S., siehe Siebert, H.
Rappaport, G., siehe Bentley, F. F.
Rappoport, D. A., Calvert, C. R., Loeffler, R. K., und Gast, J. H. Chromatographische Trennung von Porphyrinen in Form ihrer Methyl-Tester 438
Rathsburg, H. Cerimetrische Bestimmung von Antimon(III) 111
Rausch, L., und Graul, H. Colorimetrische Bestimmung von Glutathion im Blut 149
Rausch, L., und Ritter, S. Bestimmung von Glutathion in Blut 150
Rausch-Stroomann, J.-G., siehe Klingmüller, V.
Ravin, L. J., und James, A. E. Spektrophotometrische Bestimmung von Aureomycinhydrochlorid 72
Rebeyrotte, P., siehe Macheboeuf, M.
Rediske, J. H., Palmer, R. F., und Cline, J. F. Bestimmung von Eisen 55 und Eisen 59 in biologischen Proben 143
Regamey, R., siehe Decker, C.
Regler, F. Fluorescenzspektroskopie mit Röntgenstrahlen 197
Reguera, R. M., und Asimov, I. Chromatographische Untersuchung von Zuckerrübenprodukten 52
Řehák, B., siehe Malínek, M.
Reichard, O. Bestimmung von Kalium in Wein 396. — Bestimmung von Citronensäure in Wein als Pentabromaceton 396
Reichel, G., siehe Reuther, H.
Reichelt, J. Trennung und Bestimmung der Tropa-Alkaloide 74. — Papierchromatographische Identifizierung der Opiumalkaloide 77
Reichert, R. Die Bestimmung von Magnesium in Eisensorten 250 [Or]
Reid, R. C., siehe Satterfield, Ch. N.
Reihlen, siehe Remsen
Reilley, C. N., Cooke, W. D., und Furman, N. H. Derivative polarographische Titration 310
Reilley, C. N., Everett, G. W., und Johns, R. H. Voltammetrie bei konstantem Strom 204
Reilley, C. N., und Scribner, W. G. Chronopotentiometrische Titrationen 205
Reinhold, J. G. Glassuspension als Standards zur Messung der Thymoltrübung 145
Reitenmeier. Extraktion von Kalium aus dem Boden 43
Rekker, R. F., siehe Maurice, M. J.

Remizov, A. L. Analyse von Zweistoffgemischen primärer aromatischer Amine 390
Remsen-Reihlen-Rienäcker. Einleitung in das Studium der Chemie, 18. Aufl. 192 [L]
Rentschler, H., und Tanner, H. Nachweis von Gluconsäure in Weinen aus edelfaulen Trauben 397. — Siehe auch Tanner, H.
Resch, H., siehe Fischer, R.
Reuther, H., und Reichel, G. Genauigkeit von p_H-Messungen 207. — Siehe auch Medicus
Reynolds, S. A. Radiochemische Analyse 199. — Siehe auch Leddicotte, G. W.
Řezáč, Z., siehe Grebenovský, E.
Rheinboldt, H., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Ricca, F., siehe Cetini, G.
Richards, G. D., siehe Chittick, J. R.
Richter, Fr., siehe Holleman-Richter, Lehrbuch der organischen Chemie 299 [L]
Richter, J. Bestimmung des Wirkungswertes von Digitalisblättern 129
Ricketts, R. E. Tropfenzähler wechselnder Kapazität für die Chromatographie 426
Rienäcker, siehe Remsen
Riley, J. P., siehe Burton, J. D.
Rinck, E. Bestimmung von Fluor-Ion 321
Rinck, M. E., siehe Ostertag, H.
Ritter, S., siehe Rausch, L.
Rjabčikov, D. I., und Lazarev, A. I. Reaktion von Rhenium mit Thioharnstoff, Thiosemicarbazid und Diphenylthioharnstoff 371
Roberts, E. J., und Martin, L. F. Verteilungschromatographische Identifizierung und Bestimmung stickstofffreier organischer Säuren im Zuckerrohr 52
Roberts, R. F. Bestimmung des Sauerstoffverbrauchs von Abwässern 454
Robinson, J. W., siehe Hourigan, H. F.
Robinson, R. J., und Thompson, T. G. Bestimmung von anorganischem Phosphor 451
Rocques, X. Bestimmung höherer Alkohole 397
Rodgers, A., siehe Numerof, P.
Roe, J. H. Bestimmung von Fructose 385
Rogers, L. B., siehe Collat, J. W., sowie Rush, R. M.
Rogers, L. N., siehe Smith, E. D.
Rollet, A. P. Bestimmung von Nickel 398
Rollet, M., siehe Dorche, J.
Rosen, A. A., und Middleton, F. M. Nachweis der Verunreinigung von Oberflächenwasser mit Abwässern der Erdölraffinerien 453. — Siehe auch Ruchhoft, C. C.
Rosen, M. J. Bestimmung von Alkylphenolen und Diphenylen in oberflächenaktiven Stoffen 42
Rosenmund, K. W., und Grandjean, H. H. Jodzahlbestimmung 61
Rossi, J. R. Bestimmung von Chrom in Leder 58
Rossotti, H. S., siehe Irving, H.
Roth, C. C., siehe Franklin, T. C.
Roth, H., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Rózsa, P. Bestimmung von Aneurin 443. — Siehe auch Schulek, E.
Ruchhoft, C. C., Middleton, F. M., Braus, H., und Rosen, A. A. Abtrennung organischer Substanuzen aus Wasser 453. — Siehe auch Braus, H.
Rudnev, N. A. Anwendung oberflächenaktiver Stoffe zur Beseitigung der Mitfällung von Ionen durch Sulfidniederschläge 278
Rupp, E. Bestimmung von rotem Phosphor mit Jod 238
Rusek, M., siehe Janák, J.
Rush, R. M., und Rogers, L. B. Einfluß von Filterpapiersorten auf die Empfindlichkeit von analytischen Reaktionen 278. — Siehe auch Yoe, J. H.
Rutter, L. Ringpapierchromatographie 222
Ruyssen, J., siehe Lüttringhaus, A.
Ryba, O., siehe Malát, M., sowie Suk, V.
Rybář, D., und Toušek, B. Papierchromatographische Trennung der Sulfonamide 69
Rybář, D., Toušek, B., und Hais, I. M. Papierchromatographische Trennung der Sulfonamide 69

Sadée, H., siehe Schenck, G.
Sadek, F., siehe Flaschka, H.
Saffer, D., siehe Scheibl, F.
Sakuraba, Sh. Mikrobestimmung von Kupfer, Kobalt und Eisen 218
Salaria, G. B. S., siehe Taimni, I. K.

Salgó É., siehe Kőszegi, D.
Salmon, J. E., siehe Genge, J. A. R.
Saltzman, B. E. Mikrobestimmung von Kobalt in biologischem Material, insbesondere in Knochen 144
Salzmann, O., siehe Kern, W.
Samuelson, O. Anwendung der Ionenaustauscher in der analytischen Chemie 273
Sands, A. E., Grafius, M. A., Wainwright, H. W., und Wilson, M. W. Bestimmung von Kohlenoxysulfid 449
Sansoni, B. Anordnung zur Säulenchromatographie 213
Santoro, A., siehe Soloway, S.
Sanz, M. C., und Brechbühler, T. Potentiometrische Bestimmung von Chloriden in biologischen Flüssigkeiten 141
Sarkadi, J., Perczel, I., Beley, Gy., Latorczai, Gy., und Legény, B. Schnellbestimmung von Stickstoff, Phosphor und Kalium in organischem Dünger 56
Sarma, B., und Gupta, J. Spektrophotometrische Bestimmung von Tantal neben Niob 293
Sarma, D. V. N., und Raghava Rao, Bh. S. V. Bestimmung von Thorium neben den Ceriterden 238
Sasaki, Y. Trennung von Schwefel, Selen, Tellur und Polonium durch Anionenaustausch 297
Sassaman, H. L., siehe Numerof, P.
Sastri, M. N., und Radhakrishna Murty, Ch. Elektrometrische Bestimmung von Jodid mit Dichromat 370
Sato, T. R., Norris, W. P., und Strain, H. H. Einwirkung von Konzentration und Sorption bei der Kationenwanderung 208
Satterfield, Ch. N., und Bonnell, A. H. Bestimmung von Wasserstoffperoxyd mit Titansulfat 215
Satterfield, Ch. N., Wilson, R. E., LeClair, R. M., und Reid, R. C. Bestimmung von Wasserstoffperoxyd, Acetaldehyd und Formaldehyd 310
Scandrett, F. J., siehe Owen, J. A.
Schachtschabel, P. Bestimmung von pflanzenaufnehmbarem Magnesium 45
Schaefer, A. E., siehe Numerof, P.
Scharrer, K., Jung, J., und Pilgenröther, A. Bestimmung von Senföl in Futtermitteln und Futterpflanzen 55
Scharrer, K., und Taubel, N. Bestimmung kleinster Mengen Kobalt in biochemischen Substanzen und Böden 46
Schayer, R. W., Kobayashi, Y., und Smiley, R. L. Bestimmung von Histamin 156
Scheibl, F., und Saffer, D. Eisenbestimmung in Serum und Plasma 143
Schenck, G., und Frömming, K. H. Papierchromatographische Bestimmung von Azulen im ätherischen Öl der Kamille 126
Schenck, G., und Hannse, H. Trennung von Sanguinarin und Chelerythrin 73
Schenck, G., und Sadée, H. Papierchromatographischer Nachweis des Glucosids Hellebrin 129
Schindler, H. Prüfung homöopathischer Tinkturen 133. — Nachweis von Chelidonsäure 132
Schliebs, R. Bestimmung des Fluor-Ions durch Titration mit Kaliumaluminiumsulfatlösung 321 [Or]
Schmall, M., Pifer, C. W., und Wollish, E. G. Farbreaktion auf Ascorbinsäure 130. — Siehe auch Pifer, C. W., sowie Wollish, E. G.
Schmid, L., siehe Woidich, K.
Schmidt, F., und Gruhn, I. Colorimetrische Bestimmung kleinster Histaminmengen 382
Schmidt, F., und Vorheier, D. Papierchromatographische Trennung von Histamin, Histidin, Tyrosin und Tyramin 382
Schmitt, O., siehe Pfyl, B.
Schmitz, A. A., siehe Metcalfe, L. D.
Schneider, P., siehe Lehrman, L.
Schnider, O., siehe Brossi, A.
Schober, R., Niclaus, W., und Christ, W. Biuret-Reaktion von Caseinen 439
Schöberl, A., siehe Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Schöffmann, E., siehe Malissa, H.
Schöller, F., siehe Kainz, G.
Schönfeldt, N. Quantitative Bestimmung von Äthylenoxy-Addukten 124
Schöniger, W. Auswaschpipette für Mikroliter-Mengen 214. — Schnellbestimmung von Chlor, Brom, und Jod in organischen Substanzen 306
Schönsee, H., siehe Schreier, K.

Schou, S. A., und Abildgaard, J. Nachweis von Oxymethylfurfurol in Honig und Kunsthonig 400
Schram, E., und Bigwood, E. J. Fraktionssammler für die Chromatographie 426
Schreier, K., und Schönsee, H. Bestimmung von Methionin 67
Schrenk, W. G., und Glendening, B. L. Leistungsfähigkeit von Interferenzfiltern in der Flammenphotometrie 195
Schulek, E., und Rózsa, P. p-Äthoxychrysoidin als Indicator 161, 166
Schulek, E., und Somogyi, Z. Chrysoidinderivate als Indicatoren 161. — Siehe auch Pungor, E.
Schwab, G.-M., und Caramanos, S. Aufklärung der Reaktionen bei der Kjeldahlbestimmung 302
Schwabe, W. Bestimmung des Zinkgehaltes von Camembertkäse 439
Scott, J. E. Bestimmung von sauren Polysacchariden mit quaternären Ammoniumsalzen 386
Scribner, W. G., siehe Reilley, C. N.
Sebestyén, L. G., siehe Váradi, F. P.
Secor, G. E., siehe White, L. M.
Seebeck, E., siehe Stoll, A.
Segesser, A., siehe Stüpel, H.
Sekiya, A., siehe Kanda, Z.
Seliwanoff, T. Bestimmung von Fructose 385
Semb, G., und Uhlen, G. Methoden zur Extraktion von Kalium und Phosphorsäure aus dem Boden 43
Šemjakin, F. M., und Lobachina, O. S. Chromatographische Reaktionen auf Glucose und Aceton 383
Semonský, M., siehe Macek, K.
Seniga, G., siehe Bonauguri, E.
Senn jr., W. L., siehe Berg, E. W.
Serro, R. F., und Brown, R. J. Chromatographische Analyse von Zuckerrübenprodukten 50. — Siehe auch Brown, R. J.
Ševela, M. Bestimmung der Procainesterase im Blutserum 146
Shaefer, W. E., siehe Becker, W. W., sowie Hall, R. T.
Shaw, W. S. Jodometrische Verfolgung des Fermentationsprozesses an schwarzem Tee 441
Shehyn, H. Bestimmung von Aluminium neben Titan und Eisen 226
Sheppard, W. A., siehe Swain, C. G.
Sher, I. H. Mischindicator bei der Mikrostickstoffbestimmung nach Kjeldahl 301
Sherrington, L. G., siehe Gentry, C. H. R.
Shimoe, D., siehe Sudo, T.
Shinagawa, M., und Matsuo, H. Analytische Anwendung der Oniumverbindungen 281
Shinozawa, R., siehe Kato, T.
Shiokawa, T., Kambara, T., und Yagi, M. Mikrobestimmung von Palladium 377
Shipmen, W. H., Foti, S. C., und Simon, W. Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375
Shirley, E. L., siehe Pepkowitz, L. P.
Shotton, E., und Habeeb, A. F. S. A. Bestimmung von Fluorescein in verdünnten Lösungen 436
Šícho, V., siehe Pádr, Z.
Siddiqi, A. M., und Tappel, A. L. Colorimetrische Bestimmung organischer Peroxydverbindungen 387
Siddiqui, M. S., siehe Farooq, M. O.
Siebert, H., und Rapoport, S. Über emissionssteigernde Effekte in der Flammenphotometrie 81 [Or]
Siegelman, H. W. Papierchromatographische Identifizierung von Substanzen, die sich mit Polyphenoloxydase braun färben 211
Siggia, S., und Stahl, C. R. Bestimmung von Carbonsäureamiden 381
Silberman, H., und Thorp, R. H. Papierchromatographie von reinen Lanatosid C-Standardlösungen 129
Silverman, L., und Bradshaw, W. Bestimmung von Sauerstoffspuren in Gasen 359
Šimánek, V., siehe Nedorost, M.
Simon, V., siehe Přibil, R.
Simon, W., siehe Shipmen, W. H.
Simons, E. L., Fagel jr., J. E., Balis E. W., und Pepkowitz, L. P. Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoff in Metallen durch Hochfrequenzverbrennung 457
Simonsen, S. H., und Burnett, H. M. Spektralphotometrische Bestimmung von Kupfer in Aluminium- und Zinklegierungen 463
Simonyi, I., siehe Tokár, G.
Sinha, A. K., siehe Mukherji, A. K.
Sinkinson, D. V., siehe Dowdall, J. P.
Skinner, D. L., siehe Carron, M. K.
Slama, O., siehe Ladenbauer, I.-M.
Slotta, K. H., und Neisser, K. Bestimmung von Chlorogensäure und Kaffeesäure in Tabak 54

Šmíd, M., siehe Pádr, Z.
Smiley, R. L., siehe Schayer, R. W.
Smiley, W. G. Bestimmung von Sauerstoff in Metallen ohne Verwendung von Hochvakuum 458
Smit, C. J. B., Joslyn, M. A., und Lukton, A. Bestimmung von Tannin und Polyphenolen in Lebensmitteln 393
Smith, E. D., Mueller, W. A., und Rogers, L. N. Verteilungschromatographische Untersuchung von Monochloressigsäure 430
Smith, F. A., und Gardner, D. E. Titration von Fluor 141
Smith, G. F. Elektrolytische Darstellung und Einstellung einer Lösung von Perchloratocer(IV)-säure in Perchlorsäure 285
Smith, G. F., und Duke, F. R. Cerimetrische Bestimmung von Zuckern 382
Smith, J. D., siehe Markham, R.
Sörensen, S., siehe Klungsöyr, L.
Soloway, S., und Santoro, A. Nachweis der freien Para-Stellung in Phenolen 433
Somayajulu, G. R., siehe Palit, S. R.
Sommereyns, Gh., siehe Lacourt, A.
Somogyi, Z., siehe Schulek, E.
Spaulding, G. H., siehe Adams, C. J.
Speck jr., J. C., siehe Forist, A. A.
Specker, H., siehe Hartkamp, H.
Spitzy, H. Mikrobestimmung von Jod in Blut 142
Sporek, K., und Williams, A. F. Bestimmung von Pentaerythrit in Handelspräparaten 58
Stahl, C. R., siehe Siggia, S.
Standard Methods of Chemical Analysis. Bestimmung von Bor in Düngemitteln 56
Stanley, E. L., siehe Clarke, D. G.
Stark, J. B., Goodban, A. E., und Owens, H. S. Chromatographische Technik 50, 51, 320
Staub, M., und Furrer, H. Untersuchung von Tabakrauch 55. — Siehe auch Dannacher, S.
Steiner, M., und Kawinski, H. Bestimmung kleinster Ölmengen in der Luft 448
Stephenson, W. H., und Hartley, A. W. Bestimmung von Natriumhydrogencarbonat in Backpulvern 442. — Siehe auch Knight, C.
Stevens, R. E., siehe Carron, M. K.
Stewart, C. P., siehe Owen, J. A.
Steyermark, A. ,siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger, Organic Analysis 298 [L]
Stille, U. Messen und Rechnen in der Physik 193 [L]
Stock, F. G. Spektrophotometrische Bestimmung von Gesamtpenicillin in Arzneipräparaten 125
Stöa, K. F., siehe Klungsöyr, L.
Stojković, D., siehe Tutundžič, P. S.
Stoll, A., und Seebeck, E. Bestimmung von Alliin und Allicin 63
Stone, I., siehe Kenigsberg, M.
Stoner, G. A. Spektrophotometrische Bestimmung von Ruthenium 378
Stotz, E. Abtrennung von Acetaldehyd aus biologischem Material durch Destillation 312
Strache, F., und Mierau, H. J. Bestimmung von Thioglykolsäure neben Sulfiten 59
Strafford, N., Wyatt, P. F., und Kershaw, F. G. Extraktive Abtrennung von Kupfer 8. — Nasse Verbrennung von organischer Substanz 304
Strain, H. H., siehe Sato, T. R.
Strasheim, A., und Nell, J. P. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Pflanzen- und biologischem Material 49
Straßner, J. E., siehe Berg, E. W.
van Straten, H. A. C. Bestimmung von Sauerstoff 359
Straubel, H. Elektrostatischer Zerstäuber für die Flammenphotometrie 195
Straw, H. T., siehe Wilson, H. N.
Stretch, H., siehe Dowdall, J. P.
Stritar, M. J. Bestimmung von Alkohol 159
Strunz, W., siehe Haslinger, R.
Stüpel, H., und Segesser, A. Bestimmung anionaktiver Substanzen mit p-Toluidinchlorhydrat 124
Stürmer, E., siehe Filk, H.
Subba Rama Rao, K. V., und Raghava Rao, Bh. S. V. 5,7-Dibromo Oxinates of Thorium — A Spectrophotometric Study 21 [Or]
Sudô, E. Photometrische Bestimmung von Kobalt mit Antipyrin und Ammoniumthiocyanat 375
Sudo, T., Shimoe, D., und Miyahara, H. Schnellbestimmung von Quecksilber in organischen Substanzen 137
Südhof, H., und Petrovic, C. Bestimmung von Glucosamin im Serum 152

Sugarman, N., siehe Coryell, C. D.
Suito, E., siehe Takiyama, K.
Suk, V., Malát, M., Ryba, O. Brenzcatechinviolett als Indicator 339. — Siehe auch Malát, M.
Sullivan, M., siehe McCarthy, M.
Sultzaberger, J. A. Bestimmung von Arsen 304
Summerson, W. H., siehe Barker, S. B.
Susano, C. D., White, J. C., und Lee jr., J. E. Apparatur zur Bestimmung von Halogenen durch Pyrohydrolyse 368
Sváb, J., siehe Németh, G.
Svátek, E., siehe Knobloch, E.
Svehla, G., siehe Erdey, L.
Sveinsson, S. L., siehe Eldjarn, L.
Svendsen, A. B., und Jensen, K. B. Fluorescenzreaktion auf Digitalisglucoside 128
Swain, C. G., Kreiter, V. P., und Sheppard, W. A. Routinebestimmung von Tritium in Wasser 215
Sweet, T. R., siehe Theurer, K.

Täufel, K., und Vogel, R. Nachweis peroxydischer Verbindungen in Fetten 398
Taimni, I. K., und Salaria, G. B. S. Bestimmung von Metallen als Sulfide 279. — Quantitative Bestimmung von Rhenium, Silber und Quecksilber 279
Takeshita, N., siehe Isagai, K.
Takiyama, K., und Suito, E. Analyse von Kationen mit Anionenaustauschern 275
Talmi, A., siehe Harel, S.
Tamarit Torres, J., siehe Otero de la Gandara, J.
Tanaka, Y. Schwefelbestimmung durch Aufschluß mit Salpetersäure im geschlossenen Rohr 306
Tanner, H., und Rentschler, H. Polarographische Bestimmung von Kupfer in süßen und vergorenen Getränken 394. — Siehe auch Rentschler, H.
Tappel, A. L., siehe Siddiqi, A. M.
Tatsumi, T., siehe Ishibashi, M.
Taubel, N., siehe Scharrer, K.
Taylor, L. L., siehe Mason, D. M.
Tennent, D. M., Whitla, J. B., und Florey, K. Bestimmung von Tüpfeln auf Papierchromatogrammen 318
Tettweiler, K., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Tevebaugh, R. D., siehe Warf, J. C.
Theorell, H., siehe Bonnichsen, R.
Theurer, K., und Sweet, T. R. Bestimmung kleiner Mengen Zink in Aluminiumlegierungen 120
Thilo, E., siehe Grunze, H.
Thomason, P. F., siehe Raaen, H. P.
Thompson, J. M. Analyse von Titan und Titanlegierungen 464
Thompson, T. G., siehe Robinson, R. J.
Thorp, R. H., siehe Silbermann, H.
Tiedemann, E. Ergänzung einer Apparatur zur Fluorbestimmung durch Destillation 1 [Or]
Tillu, M. M., Bhatnagar, D. V., und Murthy, T. K. S. Colorimetrische Bestimmung von Uran mit Ammoniumrhodanid 365
Tisdall, F. F., siehe Kramer, B.
Tiselius, A. Übersicht über die Elektrophorese und Chromatographie von Eiweißkörpern und Polypeptiden 150. — Chromatographische Bestimmung von Proteinen an Calciumphosphatsäulen 150. — Siehe auch Alm, R. S.
Tišler, M. 4-substituierte Thiosemicarbazide als Reagentien zur Charakterisierung von Aldehyden und Ketonen. II. Mitt. 4-Tolylthiosemicarbazid 345 [Or]
Titze, H., siehe Koczy, F.
Todd, J. R. Colorimetrische Verfolgung des Fermentationsprozesses bei schwarzem Tee 441
Tokár, G., Simonyi, I., und Gál, Gy. Chemische Bestimmung von Penicillin 125
Tomić, E., und Hecht, F. Bestimmung von Uranyl-Ionen mit Morin 365
Tootill, J. P. R., siehe Lees, K. A.
Toribara, T. Y., siehe Chen jr., P. S.
Toušek, B., siehe Rybář, D.
Trabanelli, G., siehe Bighi, C.
Tretjak, Z. A., siehe Komar, N. P.
Troy, D. J. Analysengerät zur Bestimmung giftiger Gase und Dämpfe in der Atmosphäre 445
Truhaut, R. Bestimmung von Fluor in Lebensmitteln 392. — Siehe auch Fabre, R.
Tsukada, S., siehe Kato, T.
Tupper, R., siehe Banks, T. E.
Turba, F. Bedeutung der Papierchromatographie in der Pharmakologie 60. — Siehe auch Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]

Tutundžič, P. S., und Stojkovič, D. Elektrolytische Bestimmung von Kobalt 374

Ueno, K., siehe Ishimori, T.
Uhlen, G., siehe Semb, G.
Uhrig, K., Lynch, E., und Becker, H. C. Bestimmung von Cyclopentadien 314
Ulmann, M. Rundfilterchromatographie in Wasserstoffatmosphäre 444
Umland, F., siehe Bock, R.
Underwood, A. L., siehe Wilhite, R. N.
Urone, P. F. Beständigkeit des Chromreagenses Diphenylcarbazid 362

Vaeck, S. V. Bestimmung von Zuckern auf Papierchromatogrammen durch Lichtreflexion 383
Váli, A., siehe Gyenes, I.
Vanag, E., siehe Vanag, G.
Vanag, G., und Vanag, E. Spezifische Reaktion auf Formaldehyd 309
Vanatta, J. C., und Cox, C. C. Bestimmung von Natrium im Urin durch Ionenaustausch 133
Vaněček, S., siehe Macek, K.
Vango, S. P., siehe Mason, D. M.
Váradi, F. P., und Sebestyén, L. G. Radiofrequenzmassenspektrometer 198. — Siehe auch Gergely, Gy.
Varner, J. E., siehe Bulen, W. A.
Vaughan, H. H., siehe Makens, R. F.
Vaughn, C., siehe Banks, T.
Vavreinová (Vavrejnová), D., siehe Číhalík, J.
Vavruch, I. Bestimmung der stickstofffreien Säuren in der Zuckerrübe 51. — Nachweis von Purinen, Pyrimidinen, Harnsäure, von Betain und der Derivate in der Zuckerrübe und deren Samen 51
Večeřa, M., Gasparič, J., und Borecký, J. Papierchromatographische Trennung von Anthrachinonsulfonsäuren 436
Veereswara Rao, U., siehe Gopala Rao, G.
Veerkamp, Th. A., siehe Bloemendal, H.
Végh, A., und Kovács, L. Bromometrische Bestimmung von Hypophosphit 262
Vejdělek, Z. J., siehe Macek, K.
Venkatamma, N. C., siehe Gopala Rao, G.
Venkateswarlu, P., und Narayana Rao, D. Bestimmung von Fluor in biologischem Material 140
Venugopalan, M., siehe Deshmukh, G. S.
Verloop, M. E., siehe van Pinxteren, J. A. C.
Vidic, E. Papierchromatographischer Nachweis von Alkaloiden und Suchtmitteln im Harn 159
Vieböck, F. Bestimmung von rotem Phosphor mit Jod 238. — Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 306
Villela, G. G. Colorimetrische Bestimmung von Xanthindehydrogenase 158
Vining, L. C., und Waksman, S. A. Papierchromatographische Trennung und Identifizierung der Actinomycine 73
Vischer, E., und Chargaff, E. Chromatographische Untersuchung von Zuckerrübenprodukten 52
Visek, W. J., siehe Comar, C. L.
Visser, B. F. Analyse von Atemluft durch Messung der Wärmeleitfähigkeit 140
Viswanadham, C. R., und Gopala Rao, G. Titration von Jodid mit Dichromat 370
Viswanathan, A., siehe Gireesan, S.
de Vleeschauwer, A., siehe Heyndrickx, G. V.
Vogel, R., siehe Täufel, K.
Vogt, H. Bestimmung von Cholinpräparaten 64. — Titrimetrische Bestimmung von Dihydrostreptomycin 73
Voigt, K. D., siehe von Holt, C.
Vokač, L., siehe Feigl, F.
Vollaire-Salva, J. Analyse technischer Glucose 42
Vollmer, K. Bestimmung von Morphin in Opium 79
Voorhies, S. J., siehe Cooper, A. S.
van Voorst, F. T. Biochemische Bestimmung einzelner Zucker in Gemischen 386
Vorheier, D., siehe Schmidt, F.
Voskresenskaja, N. T. Bedingungen zur Bestimmung von Thallium 231
Vraný, M., und Bohdanecký, M. Bestimmung von Cyclopentadien in flüssigen und gasförmigen Gemischen organischer Stoffe 314
de Vries, T., und Black, E. D.
Vulterin, J., und Zýka, J. Potentiometrische Titration von aktivem Chlor mit Hydrazinsulfatlösung 368

Wagner, A., siehe Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Wagner, G. Analytik des Marfanils und marfanilhaltiger Präparate 68
Wainwright, H. W., siehe Pursglove, L. A., sowie Sands, A. E.
Waksman, S. A., siehe Vining, L. C.
Wald, M. M., siehe Kharasch, N.
Waldman, R. K., und Krause, L. A. Nachweis von Trichloressigsäure im Harn 447
Wall, J. G. L., siehe Genge, J. A. R.
Walraven, J. J., siehe Karsten, P.
Walton, G., siehe Braus, H.
Wantier, G., siehe Lacourt, A.
Ward, F. N., und Lakin, H. W. Absorptiometrische Bestimmung von Antimon 305
Warf, J. C., Cline, W. D., und Tevebaugh, R. D. Bestimmung von Halogen-Ionen durch Pyrohydrolyse 368
Waser, E. Untersuchung von Zigaretten 442
Wattenberg, H. Bestimmung von anorganischem Phosphor 451
Watts, R. W. E., siehe Banks, T. E.
Weber, E., siehe Gerlach, E.
Wegner, E. Nachweis von o-Oxychinolin-Kaliumhydrogensulfat (Chinosol) in Tabak 441
Wehber, P. Chelatometrie. VIII. Das Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als Redoxindicator. 3. Komplexometrische Bestimmung von Chrom(III)-salz 186 [Or]. — Indirekte komplexometrische Titration 356. — Komplexometrische Bestimmung von Eisen mit Variaminblau B als Indicator 373. — Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure 373
Weisiger, J. R., siehe Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weissberger, Organic Analysis 298 [L]
Weiss, F., siehe Wolfgramm, C.
Weissberger, A., siehe Mitchel jr., J.
Welte, E. Bestimmung von Bodenhuminsäuren durch Extinktionsmessung 46
Wendlandt, W. W. Thermogravimetrische Untersuchung der Kupferronate von Scandium, Yttrium und den Seltenen Erden 227
Wendlandt, W. W., und Bryant, J. M. Nachweis von Kohlendioxyd 223
Wendt, H., siehe Jander, G.
Wenger, P.-E., Monnier, D., und Faraggi, S. Polarographische Bestimmung von Dinitrofluorbenzol 390
Wennerstrand, B., siehe Kinnunen, J.
West, Ph. W., und Coll, H. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Wismutgehalte 289. — Siehe auch Hara, R.
Westerhoff, H. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Futtermitteln und Böden 44
Weyl, siehe Houben.
Whalley, M., siehe Elvidge, J. A.
Whistler, R. L. Säulenchromatographische Trennung von Zuckern mittels Kohle oder Cellulosepulver 40
White, J. C., und Goldberg, G. Bestimmung von Lithium 216. — Siehe auch Susano, C. D.
White, L. M., und Secor, G. E. Mikroskopischer Nachweis von Mikrogrammengen d-Fructose 384
Whitfeld, P. R. Bestimmung der Nucleotidfolge in Polyribonucleotiden 158
Whitla, J. B., siehe Tennent, D. M.
Wickbold, R. Bestimmung anionaktiver Substanzen mit p-Toluidinchlorhydrat 124
Widmark, E. Bestimmung von Alkohol 159
Wiedemann, E. Pufferlösung für die Elektrophorese 152
Wieland, Th., und Bauer, L. Besprühen von Papier mit Fluoresceinlösung zur besseren Sichtbarmachung von Flecken 390. — Siehe auch Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Wilcoxon, R. H., siehe McCallan, S. E. A.
Wilhite, R. N., und Underwood, A. L. Photometrische Titration von Wismut und Blei im UV-Bereich 289
Wilkinson, F. B., Phillips, M., und Bacot, A. M. Bestimmung von Chlorogensäure und Kaffeesäure in Tabak 54
Willard, H. H., und Winter, O. B. Bestimmung von Fluor durch Destillation 393
Willard, H. H., und Young, P. Cerimetrische Bestimmung von Uran mit Ferroin als Indicator 401
Williams, A. F., siehe Sporek, K.
Williams, H. R., und Mosher, H. S. Ultrarotspektren von Alkylhydroperoxyden 388

Williams, R. J. P., siehe Alm, R. S.
Williams, W. L., siehe Esposito, R. G.
Wilson, C. L., siehe Belcher, R.
Wilson, H. N., und Straw, H. T. Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 305
Wilson, M. W., siehe Sands, A. E.
Wilson, R. E., siehe Satterfield, Ch. N.
Wilson, R. F., und Daniels, R. C. Polarographische Bestimmung von Palladium 377
Wilson, R. F., und Lovelady, H. G. Amperometrische Bestimmung von Eisen mit 1-Nitroso-2-naphthol 372
Winkler, O. Nachweis von Oxymethylfurfurol in Honig und Kunsthonig 400
Winsor, P. A., siehe Degens, P. N.
Winter, O. B., siehe Willard, H. H.
Winteringham, F. P., Harrison, A., und Bridges, R. G. Papierchromatographische Technik 126
Winters, J. C., und Dinerstein, R. A. Analytische Destillation in Miniaturkolonnen 361
Wirth, C. M. P. Bestimmung von Coffein 70
Wittenberger, W., Rechnen in der Chemie, 1. Teil, 3. Aufl. 272 [L]
Wohnlich, H. Direkte Photometrierung von Zucker-Farbreaktionen auf Papier 2 [Or]
Woidich, K., und Schmid, L. Bestimmung des Neutralisationsgrades in Milch 438
Wojahn, H., und Kraft, L. Gehaltsbestimmung von Calciumpantothenat, Calciumgluconat, Riboflavin, Sorbit und Cholinpräparaten 64
Wolf, L. M., siehe Glatzko, A. J.
Wolff, W., siehe Cuthbertson, W. F. J.
Wolfgramm, C., und Weiss, F. Bestimmung des Wirkungswertes von Digitalisblättern 128
Wollish, E. G., Colarusso, R. J., Pifer, C. W., und Schmall, M. Bestimmung von Aspirin und Phenacetin in Gegenwart von Coffein 69, 70
Wollish, E. G., Pifer, C. W., und Schmall, M. Titration pharmazeutischer Produkte in nichtwäßrigen Lösungen 61. — Siehe auch Pifer, C. W., sowie Schmall, M.
Wolvius, D. Prüfung der Zuverlässigkeit der Papierelektrophorese von Harnproteinen 151
Wood, H. W. Elektrophoretische Untersuchung von Gelatine 60
Wood, J. H. Solochrombrillantblau B als Reagens zur photometrischen Bestimmung von Beryllium 219
Woollard, L. D., siehe MacNulty, B. J.
Wooster, W. S., und Rakestraw, N. W. Bestimmung von anorganischem Phosphor 451
Wormall, A., siehe Banks, T. E.
Wright, C. M., siehe Goddu, R. F.
Wright, S. E., siehe Frith, M. L.
Wünsch, L. Komplexometrische Bestimmung von Scandium 227
Wyatt, P. F. Bestimmung von Kupfer in Blei 8. — Bestimmung von Arsen, Antimon und Zinn in organischen Substanzen 303. — Siehe auch Strafford, N.

Yagi, K., Ouda, J., und Matsuoka, Y. Trennung von Flavinen an Ionenaustauschern 437. — Siehe auch Shiokawa, T.
Yamagishi, M., Yokoo, M., und Inoue, S. Azotometrische Bestimmung von Carbonylgruppen 309
Yamamoto, Sh., siehe Kajimura, T.
Yasuda, S. K., siehe Lambert, J. L.
Yoe, J. H., und Rush, R. M. 2-Carboxy-2′-oxy-5′-sulfoformazylbenzol (Zincon) zur colorimetrischen Bestimmung von Zink und Kupfer 223
Yokoo, M., siehe Yamagishi, M.
Yoshino, Y., und Kojima, M. Bestimmung von Cadmium in Kupfer und Zink oder von Zink und Kupfer in Cadmium 224
Young, P., siehe Willard, H. H.
Young, R. E., Pratt, H. K., und Biale, J. B. Absorption von Olefinen in Quecksilberperchloratlösung 448

Zaffaroni, A., siehe Burton, R. B.
Zalta, I. P., und Khouvine, J. Bestimmung von Arginin in Kartoffelknollen 53
Zbinovsky, V. Chromatographische Trennung von Mono- und Dicarbonsäuren 319
Zbudovská, O., und Hais, I. Trennung und Identifizierung von Opiumalkaloiden 77. — Siehe auch Hais, I.
Zeisel, S., und Fanto, R. Bestimmung von Alkohol 159
Zejnalova, T., siehe Mamedaliev, Ju. G.

Zemany, P. D., siehe Grubb, W. T., sowie Pfeiffer, H. G.
Zichy, E. Verdünnungspapierchromatographie bei der Untersuchung von Phenol-Formaldehydharzen 122
Ziegler, K., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Ziegler, M., und Glemser, O. Bestimmung von Titan 461
Zijp, J. W. H. Acetylieren von Chromatographierpapier 427
Zikán, V., siehe Macek, K.
Zimmer, A. J., und Huyck, C. L. Absorptiometrische u. polarographische Bestimmung von Riboflavin 443
Zimmer, A. J., und Mansur, K. Polarographische Bestimmung von Acriflavin 130
Zinnecke, F., siehe Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie 298 [L]
Zinner, G. Trennung von Isonicotinsäurehydrazid und Nicotinsäurehydrazid sowie von p-Aminosalicylsäure und m-Aminophenol durch Craig-Verteilung 131
Zwikker, J. J. L. Reaktionen von Thiobarbitursäurederivaten 67
Zýka, J. Titrimetrische Bestimmung von Morphin 78. — Siehe auch Přibil, R., sowie Vulterin, J.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

ABC des Chemielaboranten (Köhle) 4. Aufl. 193 [L]
Abgase, Probenehmer zur Gasentnahme 358
Abwasser, Bestimmung des Sauerstoffverbrauchs 454; anionaktiver Waschmittel 454; siehe auch Wasser
Acedicon, R_f-Wert 160
Acetaldehyd, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86; Bestimmung 310; kleiner Mengen 312; durch Chemolumineszenz 202
Acetaniliddithiocarbaminat, Verwendung in der Mikroanalyse 280
Aceton, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86; charaksteristische chromatographische Reaktion 383; Bestimmung in biologischem Material 301; im Urin 384
Acetonperoxyd, Halbstufenpotential 388
Acetvanillinsäure, R_f-Wert 76
Acetvanilloylcevin, R_f-Wert 77
p-Acetylaminobenzaldehyd, Identifizierung 346
N-Acetylaminohippursäure, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 382
Acetylcevin, R_f-Wert 77
Acetyldigitoxin, R_f-Wert 128
Acetyldigoxin, R_f-Wert 128
Acetylendicarbonsäure, Bestimmung des Monokaliumsalzes 308
Acetylgitoxin, R_f-Wert 128
Acetylierung von Papier für papierchromatographische Zwecke 427
Acetylprotocevin, R_f-Wert 77
Aconitsäure, verteilungschromatographische Bestimmung 52
Acriflavin, polarographische Bestimmung in Pulvern, Tabletten und Pasten 130
Acrylnitril, Lösungsmittel zur Titration organischer Säuren und Basen 314
Actinomycine, papierchromatographische Trennung und Identifizierung 73
Actinomycin-C-Gemische, polarographische Untersuchung 72
Adenin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Adrenalin, Nachweis 73; Farbreaktion 307
Äpfelsäure, papierchromatographisches Verhalten 320; verteilungschromatographische Bestimmung 52
Aerosole, Streulichtmessung 215
Äthanol, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Ätherische Öle, Wertbestimmung 126; bromometrische Untersuchung 61; Bestimmungsmethoden in Drogen 126; Bestimmung von Azulen im ätherischen Öl der Kamille 126
17-α-Äthinyloestradiol, papierchromatographischer Nachweis 127
p-Äthoxychrysoidin als Säure-Basen- und Redoxindicator 161; als Adsorptionsindicator 166
Äthyläther, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Äthylen-bis-dithiocarbaminate, Bestim-

mung in Fungiciden in Gegenwart von Kupfersalzen 48
Äthylendiamintetraessigsäure, Titration mit Eisen(III)-chloridlösung 373
Äthylenglykol, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Äthylenoxyd-Addukte, quantitative Bestimmung 124
Äthylhydroperoxyd, Halbstufenpotential 388
Aldehyde, Bestimmung durch Chemoluminescenz 202; polarographische Bestimmung als 2,4-Dinitrophenylhydrazone 309; Charakterisierung mit substituierten Thiosemicarbaziden 345; chromatographische Abtrennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone aus Gemischen 313
Algen, Untersuchung von Mitteln gegen Algen 49
Alizarin S, Reagens zur colorimetrischen Zirkoniumbestimmung 235
Alkalimetalle, flammenphotometrische Bestimmung in Arzneimitteln 196
Alkalisulfide, Bestimmung der Luftoxydation 279
Alkaliverbindungen, Bestimmung von Magnesium 220
Alkaloide, Nachweis im Harn 159; polarographische Bestimmung 203; Bestimmung in Lupinusarten 75
Alkamine, papierchromatographische Trennung 76
Alkohol, Bestimmungsmethoden in Leichenteilen 159
Alkohole, verteilungschromatographische Trennung aliphatischer Alkohole 429; Bestimmung höherer Alkohole in Branntwein 397
n-Alkohole, papierchromatographische Abtrennung 315
Alkylhydroperoxyde, Ultrarotspektren 388
Alkylphenole, Bestimmung o-substituierter Alkylphenole in oberflächenaktiven Stoffen 42
Allantoin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Allicin, Bestimmung in frischem Knoblauch 63
Alliin, Bestimmung in frischem Knoblauch 63
Allocymarin, R_f-Wert 128
Alloemicymarin, R_f-Wert 128
Allostrophantidin, R_f-Wert 128
Allylsenföl, Bestimmung in Gemischen 55
Aluminium, Einfluß auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Bestimmung mit Hilfe des Fluorescenzspektrums des Oxinats 226; Schnellbestimmung 455; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Bestimmung in Gegenwart von Titan und Eisen 226; komplexometrische Bestimmung in Legierungen 456; Bestimmung von Phosphor durch Aktivierungsanalyse 457; siehe auch Reinaluminium sowie Reinstaluminium
Aluminiumbronzen, Prüfung des Gebrauchswertes 462
Aluminiumlegierungen, spektralphotometrische Bestimmung von Kupfer 463; Bestimmung von Kupfer mit Bromwasserstoffsäure 462; von Kupfer und Chrom 121; radiometrische Bestimmung kleiner Zinkmengen 120
Aluminiumoxyd, Bestimmung von Phosphor durch Aktivierungsanalyse 457
Ameisensäure, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Amide, Analyse 316
Amidstickstoff, Anwendbarkeit der Conway-Diffusionstechnik zur Bestimmung 316
Amine, Identifizierung substituierter aliphatischer Amine 317; siehe auch aromatische Amine
p-Aminobenzaldehyd, Identifizierung 346
p-Aminobenzoesäureester, bromometrische Untersuchung 61
Aminogruppen, Bestimmung primärer Aminogruppen mit salpetriger Säure 316
Aminohippursäuren, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 382
m-Aminophenol, Abtrennung durch Craig-Verteilung 131
Aminophenole, Bestimmung durch Chemoluminescenz 202
Aminophenyldithiocarbaminate, Reagentien zur Fällung von Metallen 280
Aminosäuren, Bestimmung der Zusammensetzung von Blutserum 149
p-Aminosalicylsäure, Abtrennung durch Craig-Verteilung 131; zur Bestimmung von Thorium 237
Ammoniak, Bestimmung in biologischem Material 301
Ammonium, maßanalytische Bestimmung mit Polytest 281
Ammoniumoxalat, thermische Beständigkeit 283
Ammoniumperchlorat, Bestimmung von kleinen Mengen Chlorat 369

Ammoniumpersulfat, Halbstufenpotential 388
Ammoniumpyrrolidindithiocarbaminat, Verwendung in der Mikroanalyse 280
Ammoniumsalze, quaternäre, zur Fällung von sauren Polysacchariden 386
Amylase, colorimetrische Bestimmung im Blut 147
Analyse, Verwendung organischer Reagentien in der qualitativen und quantitativen Analyse 358; quantitative, für chemische und pharmazeutische Laboratorien (Autenrieth-Keller) 9. Aufl., 239 [L]; kurze Anleitung zur technisch-chemischen Analyse (Medicus-Reuther) 6. Aufl., 119 [L]; siehe auch anorganische Analyse
Analysengang, abgeänderter qualitativer Analysengang 277
Analytical Chemistry, New Methods (Belcher-Wilson) 271 [L]
Analytische Chemie, Mises au point de Chimie Analytique (Gautier) 3. Serie 193 [L]
Analytische und präparative anorganische Chemie, 2. Aufl. (Jander-Wendt) 192 [L]
Analytische Reaktionen, Einfluß von Filterpapier auf die Empfindlichkeit 278
Aneurin, Bestimmungsmethode 443
Angelikasäure, R_f-Wert 76
Angelikoylprotocevin, R_f-Wert 77
Anhydride, spektrophotometrische Bestimmung mit Hilfe eines Hydroxamsäure-Eisenchelatkomplexes 430
Anilin, Bestimmung durch Chemolumineszenz 202; neben Streptocid 391
Anionaktive Substanzen, Titration in oberflächenaktiven Stoffen 43; Bestimmung mit p-Toluidinchlorhydrat 124
Anisaldehyd, Identifizierung 346
p-Anisidin, Bestimmung neben p-Nitranilin 391
Anissäure, R_f-Wert 76
Anorganische Analyse, Anwendung des Systems Brom-Quecksilber(II)sulfat 280
Anorganische Chemie, Handbuch (Gmelin) 8. Aufl., Syst. Nr. 60 u. 44, 271 [L]; (Klemm) 8. Aufl. 272 [L]
Anorganische und analytische Chemie (Jander-Wendt) 2. Aufl. 192 [L]
Anorganische Ionen, papierchromatographische Trennung mit Tetrahydrofuran-Salzsäuregemischen 211
Anthrachinon, R_f-Wert 390
Anthrachinon-2,7-dinatriumsulfonat, Bestimmung 308
Anthrachinondisulfonsäuren, papierchromatographische Trennung 436
Anthrachinonfarbstoffe, papierchromatographische Untersuchung 59
Anthrachinonsulfonsäuren, papierchromatographische Trennung 436
Anthranilsäure als Reagens 285
Antibiotica, polarographische Bestimmung 203
Antikörper, papierelektrophoretische Analyse 152
Antimon, Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 343; Fällung mit markiertem Dichloro-bis-[äthylendiamin]-kobalt(III)-chlorid 288; Cerimetrische Mikrobestimmung 111; Titration mit Jodmonochloridlösung 283; Abtrennung von anderen Ionen 288; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Nachweis in pharmazeutisch verwendetem Titanoxyd 63; Bestimmung in Lagermetall 458; in organischen Substanzen 303
Antimon(III), Titration mit Kaliumdichromatlösung 287; Bestimmung mit dem System Brom-Quecksilber(II)-sulfat 280
Antioxydantien, papierchromatographischer Nachweis 399
Antipyrin, Reagens zur photometrischen Mikrobestimmung von Kobalt 375; bromometrische Untersuchung 61
Apfelsaft, Bestimmung von p-Oxybenzoesäure und ihren Estern 395
Arabinose, Farbreaktion 307
Aräometer, für die Zuckerindustrie 362
Arginin, Bestimmung in Kartoffelknollen 53
Argon, spektrochemischer Nachweis mit dem Niederspannungsfunken 194
Aromatische Amine, Bestimmung durch Chemolumineszenz 202; Analyse von Zweistoffgemischen mit stark verschiedenem Basizitätsgrad 390
Arsanilsäure, Reagens zur Abtrennung von Wismut 190
Arsen, Einfluß auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Abscheidung und Bestimmung 277; Titration mit Jodmonochloridlösung 283; Bestimmung von Spuren in Silicium 121; Nachweis in pharmazeutisch verwendetem Titanoxyd 63; Bestimmung in organischen Substanzen 303
Arsen(III), Bestimmung mit dem System Brom-Quecksilber(II)-sulfat 280;

Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 246; Titration mit Kaliumdichromatlösung 287; cerimetrische Bestimmung neben Fluorid 27
Arsen(V), Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 343; maßanalytische und gravimetrische Bestimmung 287
Arsenat, Einfluß auf die photochemische Reduktion von Uran(VI) 183
Arsenit, chromopotentiometrische Titration 205
Arsensäure, Bestimmung als Arsenmolybdänsäure 287
2-(o-Arsonophenylazo)-chromotropsäure, Reagens zur colorimetrischen Thoriumbestimmung 451
Arzneimittel, flammenphotometrische Analyse 196
Arzneimittelverbindungen, bromometrische Untersuchung 60
Arzneipräparate, spektrophotometrische Bestimmung von Gesamtpenicillin 125
Ascorbinsäure, Reduktionsmittel in der quantitativen Analyse 29; Tüpfelnachweis 307; Nachweis in Gelatine 60; colorimetrische Bestimmung mit Hilfe von Tetrazoliumsalzen 444; papierchromatographische Bestimmung in Hagebuttenextrakt 130
Aspirin, Bestimmung in Gegenwart von Coffein 69
Atemluft, siehe Luft
Atomphysik (Bechert-Gerthsen) 3. Aufl. 193 [L]
Atropin, papierchromatographische Bestimmung 74; R_f-Wert 160
Aureomycinhydrochlorid, spektralphotometrische Bestimmung mit Phosphormolybdänsäure 72
Austauschvermögen, Bestimmung von Ionenaustauschern 274
Auswaschpipette für Mikroliter-Mengen 214
Azoribamin, colorimetrische Bestimmung der Qualität 444
Azulen, papierchromatographische Bestimmung im ätherischen Öl der Kamille 126

Backpulver, Bestimmung von Natriumhydrogencarbonat 442
Barbital (Veronal), Identifizierung 66
Barbiturate, Nachweis 65; Erfahrungen mit Unterscheidungs- und Bestimmungsmethoden 64; Bestimmung in Körperflüssigkeiten 148
Barbitursäurederivate, acidimetrische Bestimmung 67
Barium, Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 343; auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; flammenphotometrische Bestimmung 195, 196; neben Sr und Ca 222; indirekte komplexometrische Titration mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator 419
Bariumchlorid, thermische Beständigkeit 283
Belladonnapräparate, Gehaltsbestimmungen 75
Benzalaceton, Identifizierung 346
Benzaldehyd, Identifizierung 346; polarographische Bestimmung 309
Benzathin-Penicillin, Titration in Eisessiglösung 126
Benzoesäure, R_f-Wert 76
Benzoesäurehydrazid, Tüpfelnachweis 307
Benzoin, Tüpfelnachweis 307
Benzol, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Benzoylcevin, R_f-Wert 77
Benzoylperoxyd, Halbstufenpotential 388
Bergapten, chromatographische Abtrennung 435
Bernsteinsäure, papierchromatographisches Verhalten 320; verteilungschromatographische Bestimmung 52
Bernsteinsäureperoxyd, Halbstufenpotential 388
Beryllium, photometrische Bestimmung mit Solochrombrillantblau B 219; Bestimmung von Spuren in der Luft 219; radiochemischer Nachweis in biologischem Material 218; polarographische Bestimmung von Blei in Beryllium 455
Betain, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 51, 52
Betriebsschnellanalysen 455
Bier, Bestimmung von Nickel 398
Bindemittel, Untersuchung in Aluminiumbronzen 462
Bindschedlers Grün, Verwendung des Zersetzungsproduktes als Redoxindicator zur komplexometrischen Bestimmung von Chrom(III)-salz 186
Biologische Flüssigkeiten, potentiometrische Bestimmung von Chloriden 141, 142
Biologisches Material, radiochemischer Nachweis von Beryllium 218; Bestimmung von Calcium 49; Ultramikrobestimmung von Calcium im Serum 134; Bestimmung von Magnesium 134; von Ammoniak 301; von Fluor

140; von ^{55}Fe und ^{59}Fe 143; Mikrobestimmung von Kobalt 46, 144; Bestimmung von Aceton und β-Oxybuttersäure 301
Bituminöse Kohle, siehe Kohle
Biuret-Reaktion von Caseinen 439
Blei, Einfluß auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; flammenphotometrische Bestimmung 196; photometrische Titration mit Komplexon III 289; Bestimmung durch Voltammetrie bei konstantem Strom 235; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; qualitative Trennung von Silber und Quecksilber(I) 277; Bestimmung von Spuren in Nahrungsmitteln 445; polarographische Bestimmung in Beryllium 455; komplexometrische Bestimmung in Bleilegierungen und Bleischlacken 121; Bestimmung in pharmazeutisch verwendetem Glas 62; im Blut und Urin in Anwesenheit chelatbildender Stoffe 138; Bestimmung von Kupfer in Blei 7; von Kupfer neben Wismut in Blei 10; von Wismut mit Thioharnstoff in Blei 463
Bleikörner, Bestimmung von Palladium nach dem Probierverfahren 378
Bleilegierungen, komplexometrische Bestimmung von Blei 121
Bleischlacken, komplexometrische Bestimmung von Blei 121
Bleivergiftungen, Bestimmung von Koproporphyrin III im Harn 138
Blut, spektrochemische Bestimmung von Zink 137; Bestimmung von Blei in Anwesenheit chelatbildender Stoffe 138; Mikrobestimmung von Jod 142; Bestimmung von Zucker 384; des Amylasegehaltes 147; Nachweis von Morphinderivaten 79; Bestimmung von Chloramphenicol 71; von Prothrombin 154; von Glutathion 149
Blutserum, Elektrophorese von Menschenblutserum 151; Fehler bei der Calciumbestimmung in gealtertem Blutserum 136; Bestimmung der Aminosäurezusammensetzung 149; von Procainesterase 146
Boden, Genauigkeit der flammenphotometrischen Bestimmung von Kalium, Calcium und Magnesium 43; Bestimmung des leichtlöslichen Anteils der Mikronährstoffe Bor, Eisen, Kobalt, Kupfer, Mangan, Molybdän und Zink 45; Vergleich von Extraktionsmethoden von Kalium und Phosphorsäure aus dem Boden 43; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 44; Bestimmung kleinster Mengen Kobalt 46; der alkalilöslichen und säurefällbaren Huminsäuren 46
Bor, flammenphotometrische Bestimmung 196; Bestimmung des leichtlöslichen Anteiles im Boden 45; colorimetrische Mikrobestimmung in Wässern, Pflanzen, Erzen und Metallen 451; Bestimmung in Düngemitteln 56
Borax, thermische Beständigkeit 282
Branntwein, Bestimmung höherer Alkohole 397
Brenzcatechin, Tüpfelnachweis 307; Reagens zur Bestimmung von Tantal neben Niob 293; Reagens zur gleichzeitigen photometrischen Bestimmung von Vanadium und Molybdän 291
Brenzcatechindisulfonsäure, Tüpfelnachweis 307
Brenzcatechinviolett zum Nachweis von Zirkonium in Gegenwart von Komplexon 339
Brom, Mikrobestimmung in organischen Substanzen 306
Bromadditionsprodukte, bei der Bestimmung von Fremdfetten in Hühnerfett 399
p-Brombenzaldehyd, Identifizierung 346
Bromid, Einfluß auf die Bestimmung von Quecksilber(II) mit Ascorbinsäure 34; auf die photochemische Reduktion von Uran(VI) 183; Bestimmung von Jodid neben Bromid 267
p-Brommandelsäure, Reagens auf Zirkonium 460
Brom-Quecksilber(II)-sulfat, Anwendung in der anorganischen Analyse 280
Buna N, ultrarotspektroskopische Untersuchung von Gemischen mit Phenolharzen 123
Butadien-Styrol-Copolymere, ultrarotspektroskopische Untersuchung 123
Butylhydroperoxyd, Halbstufenpotential 388
Butylperbenzoat, Halbstufenpotential 388

Cadmium, Einfluß auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; Trennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Bestimmung in Kupfer und Zink 224; in Kupferlegierungen 458; Bestimmung von Zink und Kupfer 224

Calcium, Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Beeinflussung anderer Elemente in der Flammenphotometrie 85; flammenphotometrische Bestimmung 195, 196, 221; neben Ba und Sr 222; colorimetrische Bestimmung mit Murexid 221; komplexometrische Bestimmung mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator 416; indirekte komplexometrische Titration mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator 419; Bestimmung durch thermometrische Titration 220; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; komplexometrische Bestimmung neben Magnesium 417; Trennung von Magnesium durch Fällung mit Ammoniummolybdat 221; komplexometrische Bestimmung neben Magnesium 221; photometrische Titration in Wasser 450; komplexometrische Bestimmung mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator im Trinkwasser 418; komplexometrische Bestimmung in Mineralwasser 450; Vergleiche verschiedener Bestimmungsmethoden im Serum 135; Fehler bei der Bestimmung in gealtertem Blutserum 136; Ultramikrobestimmung im menschlichen Serum 134; Genauigkeit der flammenphotometrischen Bestimmung in Böden und Pflanzen 43; flammenphotometrische Bestimmung in Futtermitteln und Böden 44; in Pflanzen- und biologischem Material 49; in Serum und Urin 136; Bestimmung des endogen in die Faeces ausgeschiedenen Calciums 136
Calciumcarbonat, acidimetrische Bestimmung in Acetatpuffer 101
Calciumchloridlösung, Bestimmung von Calcium durch thermometrische Titration 221
Calciumgluconat, Gehaltsbestimmung 64
Calciumpantothenat, Gehaltsbestimmung 64
Calciumphosphatsäulen, chromatographische Trennung von Proteinen 150
Camembertkäse, Bestimmung des Zinkgehaltes 439
Capillarphotometer, Verbesserung 200
Caprinsäure, papierchromatographische Abtrennung 315
Carbonsäureamide, Bestimmung durch Reduktion zu den Aminen 381
Carbonsäuren, acidimetrische Bestimmung 432
Carbonylgruppen, azotometrische Bestimmung 309
Carboxylgruppen, Bestimmung in Polysacchariden 386
2-Carboxyl-2′-oxy-5′sulfoformazylbenzol (Zincon) Reagens zur colorimetrischen Bestimmung von Zink und Kupfer 223
Caseine, Biuret-Reaktion 439
Cer, colorimetrische Bestimmung 228
Cer(III), Störung der Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375
Cer(IV), Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 343; photometrische Bestimmung mit Veratrol 228
Cerimetrie, cerimetrische Titrationen in Gegenwart von Fluorid 25; Mikrobestimmung von Antimon nach Rathsburg 111
Ceriterden, Bestimmung von Thorium neben den Ceriterden 238
Cerotinsäure, papierchromatographische Abtrennung 315
Cevacin, papierchromatographische Bestimmung 76; R_f-Wert 76
Cevadin, papierchromatographische Bestimmung 76; R_f-Wert 77
Cevagenin, papierchromatographische Bestimmung 76; R_f-Wert 76
Cevin, papierchromatographische Abtrennung 76; R_f-Wert 76
Chalkone, Nachweis und Bestimmung 435
Chelatometrie, komplexometrische Bestimmung von Chrom(III)-salz 186; siehe auch Komplexometrie
Chelerythrin, chromatographische Abtrennung 73
Chelidonsäure, Nachweis in pflanzlichem Material 132
Chemie, Einleitung (Remsen-Reihlen-Rienäcker) 192 [L]
Chemolumineszenzanalyse 201
Chinin, R_f-Wert 160
Chinosol, siehe o-Oxychinolin-Kaliumhydrogensulfat
Chinoxalin, Bestimmung mit Hochfrequenztitrimetern 202
Chlor, Titration von aktivem Chlor mit Hydrazinsulfatlösung 368; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 306; Bestimmung in Vioform 132
p-Chlor-acetophenon, Identifizierung 346
Chloramin T, potentiometrische Titration des aktiven Chlors 369
Chloramphenicol, Reinheitsprüfung und Bestimmung in Blut und Harn 71
Chlorat, Bestimmung kleiner Mengen in Ammoniumperchlorat 369

Chlorbenzaldehyde, Identifizierung 346
Chlorid, Einfluß auf die Bestimmung von Quecksilber(II) mit Ascorbinsäure 34; auf die photochemische Reduktion von Uran(VI) 183; potentiometrische Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 141, 142; Bestimmung von Jodid neben Chlorid 267
Chlorkalk, potentiometrische Titration des aktiven Chlors 369
p-Chlormandelsäure, Reagens auf Zirkonium 460
Chlorogensäure, Bestimmung in Tabak 54
Chloromycetin, siehe Chloramphenicol
Chloropentamminkobalt(III)-chlorid, Reagens zur gravimetrischen Wolframbestimmung 363
Cholesterin, papierchromatographische Abtrennung 315
Cholin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Cholindehydrogenase, Bestimmung kleiner Mengen 147
Cholinesterase, Bestimmung 146
Cholinpräparate, Gehaltsbestimmung 64
Cholsäure, UV-spektrophotometrische Bestimmung in der Galle 153
Chrom, Störung der Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375; Beständigkeit des Reagenses Diphenylcarbazid 362; Absorptionsspektra von Salzen in Dimethylformamid 357; flammenphotometrische Bestimmung 196; spektrophotometrische Bestimmung in Kupferlegierungen 459; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 121; röntgenspektroskopische Bestimmung im Stahl 198; in Chromnickelstählen 197; Bestimmung als Chromat im Stahl 362; Bestimmung im Leder 58
Chrom(III), Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 342
Chromat, indirekte komplexometrische Bestimmung 362
Chromatographie, Anwendung der Chromatostrip-Methode 59; Acetylieren von Papier 427; Anwendung von imprägniertem Silicagel in der Säulenchromatographie 272; verbesserte Technik mit fortschreitend variiertem Eluans 211; Einfluß von Zumischungen der Atmosphäre im Chromatographiergefäß 210; Fraktionssammler 426; Tropfenzähler wechselnder Kapazität 426; Trennung anorganischer Ionen durch Fällungschromatographie 272; quantitative Beziehungen bei der Trennung anorganischer Kationen durch Fällungschromatographie 273; Übersicht über die Chromatographie von Eiweißkörpern und Polypeptiden 150
Chromazurol S siehe Solochrombrillantblau B
Chrom(II)-chlorid, Reagens zur Bestimmung reduzierbarer organischer Substanzen 308
Chromnickelstähle, röntgenspektralanalytische Bestimmung von Nickel und Chrom 197
Chromotropsäure, analytische Verwendung der Azoderivate 347
Chrom(III)-salz, komplexometrische Bestimmung mit dem Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als Indicator 186
Chronopotentiometrie, Anwendung 204
Cibalgin, R_f-Wert 160
Citralperoxyd, Halbstufenpotential 388
Citronensäure, papierchromatographisches Verhalten 320; verteilungschromatographische Bestimmung 52; Bestimmung in Wein als Pentabromaceton 396
Cliradon, toxikologischer Nachweis 160; R_f-Wert 160
Codein, R_f-Wert 160
Coenzym A, spektrophotometrische Bestimmung 154
Coffein, titrimetrische Bestimmung in wasserfreiem Medium 132; Bestimmung von Aspirin und Phenacetin neben Coffein 69
Colibakterien, Nachweis bei der Harnuntersuchung 155
Colorimeter, vergleichende Messungen 201
Coulometer, Bestimmung kleiner Strommengen mit colorimetrischem Coulometer 205
Coulometrie, Bestimmung kleiner Strommengen mit colorimetrischem Coulometer 205
Crotonylsenföl, Bestimmung in Gemischen 55
Cumarin, UV-spektrophotometrische Bestimmung 434; chromatographische Abtrennung 435
Cumarine, chromatographische Trennung 434
Cumenperoxyd, Halbstufenpotential 388
Cyanid, Mikrobestimmung durch Spontan-Elektrolyse 368
Cyanidkomplexe, Bestimmung von Natrium und Kalium in Lösungen komplexer Cyanide 216

Cyanoferrat(II), Fällung mit Silbersalz 374; Titration mit Jodmonochloridlösung 283; coulometrische Titration mit amperometrischer Endpunktsbestimmung 373
Cyanoferrat(III), ascorbinometrische Bestimmung 407
Cyclobarbital, Identifizierung 66
Cyclobutan, chromatographische Abtrennung 428
Cyclohexanon, Identifizierung 346
Cyclohexanonperoxyd, Halbstufenpotential 388
Cyclohexanperoxyd, Halbstufenpotential 388
Cycloparaffine, chromatographische Trennung und Bestimmung 428
Cyclopentadien, Bestimmung in flüssigen und gasförmigen organischen Stoffen 314
Cyclopentanon, Identifizierung 346
Cyclopropan, chromatographische Abtrennung 428
Cymarin, R_f-Wert 128
Cymarol, R_f-Wert 128

Dämpfe, Bestimmung giftiger Dämpfe in der Luft 445
Dekaboran, photometrische Bestimmung 225
Desacetyldigilanid, R_f-Wert 128
Desoxycholsäure, UV-spektrophotometrische Bestimmung in der Galle 153
Destillation, analytische Destillation in Miniaturkolonnen 361
Dextrine, biochemische Bestimmung 386
Dextrose, Tüpfelnachweis 307
Diacetylcevin, R_f-Wert 77
Diäthylperoxyd, Halbstufenpotential 388
Dialkylbenzole, Analyse der Isomeren 389
Dialkyldithiophosphate, polarographische Bestimmung 387
Dibenzoylcevin, R_f-Wert 77
NN'-Dibenzyläthylendiamin-dibenzylpenicillin, Titration in Eisessiglösung 126
5,7-Dibromoxinat, spektrophotometrische Untersuchung der Thoriumverbindungen 21
S-(1,2-Dicarbäthoxyäthyl)-0,0-dimethyldithiophosphat, siehe Malathion
Dicarbonsäuren, chromatographische Abtrennung 319
Dichlordimethyl-hydantoin, potentiometrische Titration des aktiven Chlors 369
Dichloressigsäure, Bestimmung in Monochloressigsäure 429
Dichloro-bis[äthylendiamin]-kobalt(III)-chlorid, Fällungsreagens für Antimon 288
Dichromat, maßanalytische Bestimmung neben Kaliumpermanganat 371
Dicodid, R_f-Wert 160
Dicumarin, chromatographische Abtrennung 435
Dicyclopentadienperoxyd, Halbstufenpotential 388
Didym, Halbstufenpotential 230
Dienoestrol, papierchromatographischer Nachweis 127
Dienoestroldiacetat, papierchromatographischer Nachweis 127
Dienoestroldimethyläther, papierchromatographischer Nachweis 127
Dienoestroldipropionat, papierchromatographischer Nachweis 127
Digilanid, R_f-Wert 128
Digitalinum, verum R_f-Wert 128
Digitalisblätter, chemische Bestimmung des Wirkungswertes 128
Digitoxigenin, R_f-Wert 128
Digitoxin, Fluorescenzreaktion 128; papierchromatographische Untersuchung 128; R_f-Wert 128
Digoxigenin, R_f-Wert 128
Digoxin, R_f-Wert 128
Dihydrostreptomycin, titrimetrische Bestimmung 73
Dilaudid, R_f-Wert 160
p-Dimethylaminobenzaldehyd, Identifizierung 346
Dimethylformamid zur Bestimmung der Absorptionsspektren der Übergangsmetalle 357
Dimethylparathion, Nachweis und Bestimmung 160
Dinatriumphosphat, thermische Beständigkeit 282
Dinitroanthrachinone, papierchromatographische Trennung auf getränktem Papier 389; R_f-Werte 390
Dinitrobenzol, Reagens zum Nachweis von Natriumdithionit und Rongalit 297
o-Dinitrobenzol zum Tüpfelnachweis reduzierender organischer Stoffe 307
Dinitrobenzole, papierchromatographische Trennung auf getränktem Papier 389; R_f-Werte 390
Dinitrofluorbenzol, polarographische Bestimmung 390
Dinitronaphthaline, papierchromatographische Trennung auf getränktem Papier 389; R_f-Werte 390

2,4-Dinitrophenylhydrazin beim Nachweis von d-Fructose 384; Farbreaktion 307; Bestimmung 308
2,4-Dinitrophenylhydrazone bei der Trennung von Aldehyd- und Ketongemischen 313; papierchromatographische Trennung 313
2,4-Dinitrophenylsulfenylbromid, Titration 434
2,4-Dinitrophenylsulfenylchlorid, Titration 434
2,4-Dinitrophenylsulfenylthiocyanat, Titration 434
Dioxan, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Dioxanperoxyd, Halbstufenpotential 388
Dioxyäthylperoxyd, Halbstufenpotential 388
o-Diphenolmethyläther, Nachweis 433
Diphensäure, Reagens zur Bestimmung von Thorium 237
Diphenylamin, Reaktion mit Cer(IV)-sulfat 403; Bestimmung mit Hochfrequenztitrimetern 202
Diphenylaminsulfonsäure, Reaktion mit Cer(IV)-sulfat 403
Diphenylbenzidin, Reaktion mit Cer(IV)-sulfat 403; Indicator bei der cerimetrischen Bestimmung von Uran 401
Diphenylcarbazid, Beständigkeit als Chromreagens in verschiedenen Lösungsmitteln 362
Diphenyle, Bestimmung monosulfonierter Diphenyle in oberflächenaktiven Stoffen 42
Diphenylthioharnstoff, Reagens auf Rhenium 371
Diphosphat, Bestimmung in Lebensmitteln 392
Disaccharide, Bestimmung durch Chemolumineszenz 202
Dithiocarbaminate, Verwendung in der Mikroanalyse 280; Metallfällungen mit monosubstituierten Dithiocarbaminaten 280
Dodecyltrimethylammoniumchlorid, polarographisches Verhalten 281
Dolantin, toxikologischer Nachweis 160; R_f-Wert 160
Dolomit, Bestimmung von Calcium und Magnesium durch thermometrische Titration 221; von Sulfat als Bariumsulfat 295
Drogen, Bestimmung ätherischer Öle 126
Dromoran, toxikologischer Nachweis 160; R_f-Wert 160
Düngemittel, Bestimmung von Kalium 217; von Bor 56
Dünger, siehe organischer Dünger
Dysprosium, Trennung von Lanthan 230; R_f-Wert 230

E 605, Nachweis und Bestimmung 160
Ialbumin, Verwendung bei der Papierelektrophorese von Antikörpern 152
Eier, Erkennung der Alterung des Hühnereis 440
Einleitung in das Studium der Chemie (Remsen-Reihlen-Rienäcker) 18. Aufl. 192 [L]
Eisen, Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; Störung der Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375; Absorptionsspektra von Salzen in Dimethylformamid 357; Schnellbestimmung 455; Mikrobestimmung 218; flammenphotometrische Bestimmung 196; röntgenspektroskopische Bestimmung 198; amperometrische Bestimmung mit 1-Nitroso-2-naphthol 372; papierelektrophoretische Bestimmung von Eisen(II) und Eisen(III) nebeneinander 372; komplexometrische Bestimmung mit Variaminblau B als Indicator 373; Abtrennung der Phosphorsäure von Eisen 286; Bestimmung in Kupferlegierungen 459; in Reinstaluminium 461; von Spuren in Silicium 121; in pharmazeutisch verwendetem Glas 62; des leichtlöslichen Anteiles im Boden 45; Bestimmung in Serum und Plasma 143; des an β_1-Globulin gebundenen Eisens in Plasma und Serum 143; der Isotope 55 und 59 in biologischen Proben 143; Bestimmung von Magnesium in Eisensorten 250; von Aluminium neben Eisen 226; von Schwefel als Sulfat 295; röntgenspektralanalytische Bestimmung von Mangan 197
Eisen(II), Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 343; chronopotentiometrische Titration 205; Bestimmung mit dem System Brom-Quecksilber(II)-sulfat 280; cerimetrische Bestimmung neben Fluorid 26;
Eisen(III), colorimetrische Mikrobestimmung 372; R_f-Wert des Chelates 428; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 246; 373; papierchromatographische Trennung als Chelat von anderen Metallen 427
Eisenerze, Bestimmung von Schwefel als Sulfat 296

Eisenlegierungen, Bestimmung von Niob und Tantal nebeneinander 292
Eisen(III)-rhodanidpapier, Reagens für Luftuntersuchungen 421; Herstellung 422
Eiweißstoffe, Übersicht über die Elektrophorese und Chromatographie 150
Eiweißverderbnis, papierelektrophoretische Untersuchung an Fischen und Krebsen 440
Elektroden, Titrationen mit bimetallischem Elektrodensystem 206
Elektronisches Polaroskop, neue Ergebnisse 202
Elektrophorese, Übersicht über die Elektrophorese von Eiweißkörpern und Polypeptiden 150
Elektrostatischer Zerstäuber für die Flammenphotometrie 195
Elemente, Mitfällung von Ultramikromengen 278
Emicymarin, R_f-Wert 128
Emissionssteigernde Effekte in der Flammenphotometrie 81
Emulsionen, Bestimmung des Wassergehaltes 60
Enole, acidimetrische Bestimmung 432
Ephedrin, Nachweis 73
Erdalkalien, Ringchromatographische Bestimmung 222; Bestimmung in Gegenwart von Magnesium 419; indirekte komplexometrische Titration mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator 418
Erde, colorimetrische Schnellbestimmung organischer Substanz 46
Erdölderivate, Nachweis in oberflächenaktiven Stoffen 43
Ergocornin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergocorninin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergocristin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergocristinin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergokryptin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergokryptinin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergometrin, Bestimmung 80; papierchromatographische Bestimmung 240
Ergometrinin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergosin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergosinin, papierchromatographische Bestimmung 240
Ergotamin, Bestimmung 80; papierchromatographische Bestimmung 240
Ergotaminin, papierchromatographische Bestimmung 240
Erze, spektralphotometrische Bestimmung mittlerer und hoher Kupfergehalte 455; colorimetrische Mikrobestimmung von Bor 451; siehe auch Eisen- sowie Platinerze
Essigsäure, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86; R_f-Wert 76; Bestimmung in Monochloressigsäure 429
Ester, spektrophotometrische Bestimmung mit Hilfe eines Hydroxamsäure-Eisenchelatkomplexes 430
Esteralkaloide, papierchromatographische Trennung 76
Esterfraktionierungsmothede zur Trennung von Fettsäuren 317
Eucalyptusöle, chromatographische Auftrennung 59
Eucodal, R_f-Wert 160
Eunarcon, Identifizierung 66
Evipan, siehe Hexobarbital

Faeces, Bestimmung des endogen ausgeschiedenen Calciums 136
Fällung aus homogener Lösung, Übersicht 281
Fällungschromatographie, siehe Chromatographie
Fermentation, Verfolgung des Prozesses beim schwarzen Tee 441
Fette, Nachweis peroxydischer Verbindungen 398
Fettsäuren, Analyse eines Gemisches nach der Esterfraktionierungsmethode 317; Bestimmung flüchtiger Fettsäuren 301; Trennung mittels Papier- und Säulenchromatographie 318; papierchromatographische Abtrennung 315; der Fettsäureanilide 318; ungesättigter höherer Fettsäuren 319; Trennung durch Umkehrphasenchromatographie 319
Filterpapier, Einfluß verschiedener Sorten auf die Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 278
Fische, papierelektrophoretische Untersuchung der Eiweißverderbnis 440
Flammenphotometer 194; Leistungsfähigkeit von Interferenzfiltern 195
Flammenphotometrie, emissionssteigernde Effekte 81; elektrostatischer Zerstäuber 195; Analyse von Arzneimitteln 196
Flavanone, Nachweis und Bestimmung 435

Flavine, Trennung an Ionenaustauschern 437
Flavone, Nachweis und Bestimmung 435
Flavonole, Nachweis und Bestimmung 435
Flechten, Untersuchung von Mitteln gegen Flechten 49
Fleischgehalt, Bestimmung in Suppenpräparaten 440
Fluor, Apparatur zur Bestimmung durch Destillation 1; spektrochemischer Nachweis mit dem Niederspannungsfunken 194; Mikrobestimmung mit Hilfe von radioaktivem Phosphor 367; Bestimmung in Lebensmitteln 392; in biologischem Material 140; in Knochenmehl 393; Bestimmung von Silicium neben Fluor 233
Fluorescein, Bestimmung in verdünnten Lösungen 436
Fluorescenzröntgenlupe 197
Fluorescenzspektroskopie mit Röntgenstrahlen 197
Fluorescierende Stoffe, Apparat zur Messung auf Papierchromatogrammen 211
Fluorid, Anwendung cerimetrischer Titrationen in Gegenwart von Fluorid 24; Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; auf die photochemische Reduktion von Uran(VI) 183; Bestimmung mit Hochfrequenztitrimetern 202; Mikrobestimmung durch Spontan-Elektrolyse 368
Fluor-Ion, Titration mit Kaliumaluminiumsulfatlösung 321; Bestimmung durch Pyrohydrolyse 368
Flußsäure, Ausschaltung der Störungen durch Flußsäure in der Cerimetrie 25
Formaldehyd, Tüpfelnachweis 311; spezifische Reaktion 309; Bestimmung 310; Titration mit Hydroxylaminchlorhydratlösung 309; Mikrobestimmung gebundener Formaldehydgruppen 311
Formalinseife, Titration von Formaldehyd 310
Fraktionssammler für die Chromatographie 426; für Chromatographie und Ionenaustauschverfahren 426
Fremdfette, Nachweis in Hühnerfett 399
Fruchtsäfte, colorimetrische Bestimmung von p-Oxybenzoesäure und ihren Estern 395
Fructose, Bestimmung mit komplexonhaltiger Kupferlösung 41; nach der Seliwanoff-Reaktion 385; biochemische Bestimmung 386
d-Fructose, mikroskopischer Nachweis 384
Füllstoffe, Nachweis in Phenol-Formaldehyd-Kunstharzerzeugnissen 122
Fumarsäure, verteilungschromatographische Bestimmung 52
Fungicide, Bestimmung von Äthylenbis-dithiocarbaminaten in Gegenwart von Kupfersalzen 48
Furfurol, Identifizierung 346; Reagens zur Bestimmung von Aceton 384
2-Furoylperfluorobutyrylmethan, Eignung als Chelatbildner für die papierchromatographische Trennung von Metallen 428
Futtergemische, Bestimmung von Penicillin 56
Futtermittel, flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 44; Bestimmung von Senföl 55
Futterpflanzen, Bestimmung von Senföl 55

Gadolinium, Halbstufenpotential 230
Galactin, Bestimmung in Zuckerrübenprodukten 50
Galactose, quantitative Bestimmung 384
Galacturonsäure, Nachweis in Wein 397; R_f-Wert 397
α-Galacturonsäure, Farbreaktion 307
Galle, Bestimmung von Desoxycholsäure und Cholsäure 153
Gallium, p_H-Bereich der Oxychinolinfällung 281; Bestimmung mit Hilfe des Fluorescenzspektrums des Oxinats 226; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 246
Gase, Apparatur zur genauen Schnellanalyse 359; Bestimmung giftiger Gase in der Luft 445; von Spuren Sauerstoff 359; von Kohlenoxysulfid 449; von Olefinen 448; siehe auch Abgase
Gasentnahme, Probenehmer 358
Gegenstromverteilung, theoretische Grundlagen der Trennung von Porphyringemischen 438
Gelatine, elektrophoretische Untersuchung der Verunreinigungen 60
Gerbsäure, Tüpfelnachweis 307
Germanium, halbquantitative papierchromatographische Bestimmung 234; papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 234; 235; Bestimmung in Zinkblende 234
Gesteine, Bestimmung von Thorium durch Röntgenfluorescenzspektrometrie 236; gleichzeitige photometrische

Bestimmung von Vanadium und Molybdän 291; amperometrische Bestimmung von Eisen mit 1-Nitroso-2-naphthol 372
Getränke, polarographische Bestimmung von Kupfer in süßen und vergorenen Getränken 394
Gewebe, Bestimmung von ^{65}Zn mit Geiger- und Scintillationszählern 137; von Histamin 156; von Vollblut in homogenisiertem Gewebe 155
Gitoxigenin, R_f-Wert 128
Gitoxin, R_f-Wert 128
Glas, Bestimmung von Kupfer, Blei, Zink und Eisen 62; von Sulfat als Bariumsulfat 295
Glaselektrode zur Messung von p_H-Werten 206
Glasssupensionen, Standards zur Messung der Thymoltrübung 145
β_1-Globulin, Bestimmung des gebundenen Eisens in Serum und Plasma 143
Gluconsäure, Nachweis in Wein 397; R_f-Wert 397
Glucosamin, Bestimmung im Serum 152
Glucose, Analyse technischer Glucose 42; charakteristische chromatographische Reaktion 383; Tüpfelnachweis 307; quantitative Bestimmung 384; Bestimmung mit komplexonhaltiger Kupferlösung 41; mit Kaliumeisen-(III)-cyanid 41; durch Chemolumineszenz 202; biochemische Bestimmung 386; Bestimmung in Urin 384
d-Glucose, cerimetrische Bestimmung 383
Glucuronsäure, Nachweis im Wein 397; R_f-Wert 397
Glutathion, Nachweis in Gelatine 60; colorimetrische Bestimmung im Blut 149
Glycerin, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Glycerinaldehyd, Farbreaktion 307
d,l-Glycerinaldehyd, cerimetrische Bestimmung 383
Glycerinmonostearat, Prüfung 133
Glykolaldehyd, spektrophotometrische Bestimmung 312
Glykolsäure, papierchromatographisches Verhalten 320; verteilungschromatographische Bestimmung 52
Glyoxal-bis-(2,5-dinitrophenylhydrazone) bei der spektrophotometrischen Bestimmung von Glykolaldehyd 312
Gold, Übersicht über die Extraktionsanalyse 377; Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; papierchromatographische Abtrennung in Erzen 377; Abtrennung kleiner Mengen von Quecksilber 225
Granit, Bestimmung von Thallium 232
Guanidin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Guanin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52

Hämoglobin, Bestimmung der Sauerstoffsättigung 140
Härte, photometrische Titration in Wasser 450
Hafnium, röntgenspektroskopische Bestimmung in Eisen 198
Hagebuttenextrakt, papierchromatographische Bestimmung von Ascorbinsäure 130
Halogene, spektrochemischer Nachweis mit dem Niederspannungsfunken 194
Halogen-Ionen, Bestimmung durch Pyrohydrolyse 368
Handbuch der anorganischen Chemie (Gmelin) 8. Aufl., System Nr. 60 u. 44 271 [L]
Handelspräparate, Bestimmung von Pentaerythrit 58
Harn, Nachweis von Isonicotinsäureglycin 157; papierchromatographischer Nachweis von Alkaloiden und Suchtmitteln 159; Bestimmung von Trichloressigsäure 447; von Chloramphenicol 71; chromatographische Trennung der Ketosteroide 211; fluorimetrische Bestimmung von Oestrogenen 154; halbquantitative Bestimmung von Koproporphyrin III 138; siehe auch Urin
Harnextrakte, verteilungschromatographische Trennung von Oestrogenen 154
Harnproteine, Prüfung der Zuverlässigkeit der Papierelektrophorese 151
Harnsäure, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 51
Harnuntersuchung, Störung des Urobilinogennachweises und des Colibakteriennachweises 155
Hefekulturen, oxydimetrische Bestimmung der Zellmassen 57
Hellebrin, (Glucosid), papierchromatographischer Nachweis 129
Herba Hyperici, Bestimmung von Hypericin 70
Herzgiftglucoside, papierchromatographische Trennung 128
Heterometrische Titrationen, Grundlagen 356
Hexamethylentetramin, Bestimmung in härtbaren Phenol-Formaldehydharzen 122

Hexobarbital (Evipan), Identifizierung 66
Hippursäure, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 382
Histamin, colorimetrische Bestimmung kleinster Mengen 382; papierchromatographische Abtrennung von Histidin, Tyrosin und Tyramin 382; Bestimmung im Gewebe mit Hilfe von radioaktivem ^{131}J-Pipsylchlorid 156
Histidin, papierchromatographische Bestimmung als Dinitrofluorbenzolverbindung 390; papierchromatographische Trennung von Histamin 382
Hochfrequenzpapierchromatographie 93
Hochfrequenztitrimeter, Anwendungen 202
Homatropin, papierchromatographische Bestimmung 74
Homöopathische Tinkturen, Prüfung 133
Honig, Bestimmung von Oxymethylfurfurol 400
Hormone, polarographische Bestimmung 203
Hühnerei, siehe Eier
Hühnerfett, Nachweis von Fremdfetten 399
Hühnerfleisch, Proteingehalt 440
Huminsäuren, Bestimmung der alkalilöslichen und säurefällbaren Huminsäuren im Boden 46; Polarographie huminsäureähnlicher Oxydationsprodukte bituminöser Kohle 47
Hydrazinsulfatlösung zur Bestimmung von Hypochlorit 368
Hydrazobenzol, Farbreaktion 307
Hydrobutylperoxyd, Halbstufenpotential 388
Hydrochinon, Tüpfelnachweis 307; Bestimmung mit Jodmonochloridlösung 284
Hydronalium, Bestimmung von Kupfer 463
Hydroxamsäure-Eisenchelatkomplex zur spektrophotometrischen Bestimmung von Estern und Anhydriden 430
Hydroxamsäuren, säulenverteilungschromatographische Trennung aliphatischer Hydroxamsäuren 431
Hydroxylgruppen, Bestimmung acylierbarer Hydroxylgruppen in Lipoiden 153
Hydroxyl-Ionen, Bestimmung in Luftbestandteilen mit Eisen(III)-rhodanidpapier 423
Hyoscyamin, papierchromatographische Bestimmung 74
Hypericin, Bestimmung in Herba Hyperici 70
Hypochlorit, Titration mit Hydrazinsulfatlösung 368
Hypophosphit, maßanalytische Schnellbestimmung 262; Bestimmung mit Dichromat 333
Hypoxanthin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52

Indicatoren, neue Theorie der Adsorptionsindicatoren 166; Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als komplexometrischer Indicator zur Chrom(III)-bestimmung 186; p-Äthoxychrysoidin als Säure-Basen- und Redoxindicator 161; p-Äthoxychrysoidin als Adsorptionsindicator 166
Indium, Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245
Industriegase, siehe Gase
Inosit, Bestimmung in Zuckerrübenprodukten 50
Interferenzfilter, Leistungsfähigkeit von Filtern im Flammenphotometer 195
Invertzucker, Bestimmung mit komplexonhaltiger Kupferlösung 41
Ionenaustausch, automatischer Fraktionssammler 426
Ionenaustauscher, Anwendung in der analytischen Chemie 241, 273; in der analytischen und präparativen Chemie 274; Schnellbestimmung des Austauschvermögens 274; zur Analyse von Kationen 275
Ionenaustausch-Papierchromatographie Methodik 275
Iridium, Abtrennung durch Ionenaustausch 379; Trennung von Rhodium durch Ionenaustausch 380
Iris versicolor, Prüfung 133
Isobutanol, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Isoflavone, Nachweis und Bestimmung 435
Isonicotinsäureglycin, Nachweis im Harn 157
Isonicotinsäurehydrazid, Abtrennung durch Craig-Verteilung 131; Nachweis der Stoffwechselprodukte in menschlichem Urin 157
Isopropanol, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
20-Isosapogeninacetate, Ultrarotspektren 437
Isostrophantidin, R_f-Wert 128
Isotope, Mitfällung von Ultramikromengen radioaktiver Isotopen 278

Jod, als Oxydationsmittel zur Bestimmung von rotem Phosphor 238; Analyse von Radiojod 200; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 306; im Blut 142; Bestimmung in Vioform 132
Jodid, Einfluß auf die Bestimmung von Quecksilber(II) mit Ascorbinsäure 34; cerimetrische Bestimmung 28; Titration mit Jodmonochloridlösung 283; elektrometrische Titration mit Dichromat 370; Bestimmung in Anwesenheit von Chlorid und Bromid 267
Jodmonochlorid, Maßflüssigkeit 283
Jodzahl zur Bestimmung von Fremdfetten in Hühnerfett 399

Kaffeesäure, Bestimmung in Tabak 54
Kalium, maßanalytische Bestimmung auf Grund der Fällung als Tetraphenyloborat 216, 281; Bestimmung in Lösungen komplexer Cyanide 216; Beeinflussung anderer Elemente in der Flammenphotometrie 85; flammenphotometrische Bestimmung 195, 196; vergleichende Untersuchungen der Bestimmung in Wein 396; Bestimmung in Wein 395; Vergleich von Methoden zur Extraktion aus dem Boden 43; Genauigkeit der flammenphotometrische Bestimmung in Böden und Pflanzen 43; Bestimmung von Spuren in Silicium 121; flammenphotometrische Bestimmung in Kaliwasserglas 195; Bestimmung in organischem Dünger 56
Kaliumaluminiumsulfatlösung, Reagens zur Bestimmung von Fluor-Ion 321
Kaliumchlorid, Diffusionsstromstufe der eutektischen Schmelze mit Lithiumchlorid 203
Kaliumdichromat, thermische Beständigkeit 283
Kaliumhydrogenphthalat, thermische Beständigkeit 283
Kaliwasserglas, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium 195
Kalk, rasche Bestimmung in Sedimenten 100
Kalmia latifolia, Prüfung 133
Kaltwellpräparate, Bestimmung von Thioglykolsäure neben Sulfiten 59
Kamille, Bestimmung des Azulens im ätherischen Öl 126
Karl-Fischer-Lösung, Einfluß des Methanols auf die Wasserbestimmung 13
Kartoffelknollen, Bestimmung von Arginin 53
Kationen, Analyse mit Hilfe von Ionenaustauschern 275; Trennung anorganischer Kationen an imprägniertem Silicagel 272, 273
Kemithal, Identifizierung 66
Ketone, Bestimmung hochmolekularer Ketone 313; chromatographische Abtrennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone aus Gemischen 313; Charakterisierung mit substituierten Thiosemicarbaziden 345
Ketosteroide, chromatographische Trennung 211
Kjeldahl-Aufschlüsse im zugeschmolzenen Rohr 302
Knoblauch, Bestimmung von Alliin bzw. Allicin 63
Knochen, Bestimmung von Natrium durch Ionenaustauschchromatographie 133; Mikrobestimmung von Kobalt 144
Knochenmehl, Anwendung von entfettetem Knochenmehl als Adsorbens bei der Trennung von Vitamin A und Carotinen 442; Bestimmung von Fluor 393
Kobalt, Absorptionsspektra von Salzen in Dimethylformamid 357; Störungen bei der Bestimmung mit Nitroso-R-Salz 375; Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; Mikrobestimmung 218; photometrische Mikrobestimmung mit Antipyrin in Gegenwart von Ammoniumthiocyanat 375; röntgenspetralanalytische Bestimmung 198; papierchromatographische Abtrennung und photometrische Bestimmung 375; R_f-Wert des Chelates 428; elektrolytische Bestimmung 374; komplexometrische Bestimmung nach Fällung störender Metalle mit Thioacetamid 376; Bestimmung des leichtlöslichen Anteiles im Boden 45; Bestimmung kleinster Mengen in biochemischen Substanzen und Böden 46; Mikrobestimmung in biologischem Material 144
Kobalt(II), papierchromatographische Trennung als Chelat von anderen Metallen 427
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Barbituraten 148
Kohle, Polarographie huminsäureähnlicher Oxydationsprodukte bituminöser Kohle 47
Kohlendioxyd, Nachweis 233; kontinuierliche Mikrobestimmung gleich-

zeitig mit Sauerstoff 140; Bestimmung durch Absorption in organischen Lösungsmitteln 233
Kohlengruben, Bestimmung kleiner Mengen Kohlenmonoxyd in Luftproben 446
Kohlenmonoxyd, Bestimmung kleiner Mengen in Luftproben 446
Kohlenoxysulfid, Bestimmung in Industriegasen 449
Kohlenstoff, Absorptionsröhrchen zur Halbmikrobestimmung 300; Bestimmung in der Elementaranalyse mit neuem Katalysator 299; Bestimmung in Metallen durch Hochfrequenzverbrennung 457
Kohlenwasserstoffe, Bestimmung ungesättigter Kohlenwasserstoffe in der Luft 446
Kolonnen, analytische Destillation in Miniaturkolonnen 361
Komplexe Verbindungen, polarographische Bestimmung 203
Komplexometrie, Pyrogallolcarbonsäure als Indicator 416; indirekte Methoden 336
Koproporphyrin III, Bestimmung im Harn 138
Kot, Nachweis von Morphinderivaten 79
Kreatinin, Bestimmung in Plasma, Serum und Urin 149; Absorptionsmaximum 149
Krebse, papierelektrophoretische Untersuchung der Eiweißverderbnis 440
Kunsthonig, Bestimmung von Oxymethylfurfurol 400
Kupfer, Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Störung der Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375; Absorptionsspektra von Salzen in Dimethylformamid 357; Nachweis und nephelometrische Bestimmung 217; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; Schnellbestimmung 455; Mikrobestimmung 218; flammenphotometrische Bestimmung 196; Bestimmung durch Chemolumineszenz 202; coulometrische Bestimmung 217; R_f-Wert des Chelates 428; chronopotentiometrische Titration 205; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 246; Bestimmung neben Wismut in Blei 10; komplexometrische Bestimmung in Legierungen 456; Bestimmung mittlerer und hoher Gehalte in Legierungen und Erzen 455; Bestimmung in Cadmium 224; in Reinstaluminium 461; in Aluminiumlegierungen 121; mit Bromwasserstoffsäure in Aluminiumlegierungen 462; Bestimmung in Aluminium- und Zinklegierungen 463; in Blei mit Diäthylammoniumdiäthyldithiocarbaminat 7; in pharmazeutisch verwendetem Glas 62; in Getränken 394; Bestimmung des leichtlöslichen Anteiles im Boden 45; Bestimmung von Cadmium 224; polarographische Bestimmung von Nickel- und Zinkspuren 460
Kupfer(II), papierchromatographische Trennung als Chelat von anderen Metallen 427
Kupferäthylen-bis-dithiocarbaminat, Bestimmung 49
Kupferlegierungen, Bestimmung von Cadmium 458; von Chrom 459; von Eisen 459; von Eisen, Mangan und Kupfer 455
Kupfersalze, zum Nachweis von Glucose auf Papierchromatogrammen 383; Bestimmung kleinster Mengen von Nikkel 114; von Nickel- und Zinkspuren 460; von Äthylen-bis-dithiocarbaminaten in Fungiciden neben Kupfersalzen 48
Kupfer-Tellurlegierungen, Schnellbestimmung von Tellur 455
Kurze Anleitung zur technisch-chemischen Analyse (Medicus-Reuther) 119 [L]

Lactone, Bestimmung mit Hilfe eines Hydroxamsäure-Eisenchelatkomplexes 431
Lactose, Tüpfelnachweis 307; Bestimmung mit komplexonhaltiger Kupferlösung 41; biochemische Bestimmung 386
Lagermetall, Bestimmung von Antimon 458
Lanatosid C, papierchromatographisches Verhalten 129
Lanthan, Halbstufenpotential 230; Trennung von Yttrium, Dysprosium oder Ytterbium 230; R_f-Wert 230
Largactil, Bestimmung 70
Laurinsäure, papierchromatographische Abtrennung 315
Lebensmittel, papierchromatographische Bestimmung kondensierter Phosphate 391; Bestimmung von Fluor 392; von Tannin und Polyphenolen 393; siehe auch Nahrungsmittel
Lebensmittelfarben, Nachweis von natürlichen und künstlichen Lebensmittelfarben 394

Leder, Bestimmung von Chrom 58
Legierungen, spektralphotometrische Bestimmung mittlerer und hoher Kupfergehalte 455; komplexometrische Bestimmung von Kupfer und Aluminium nebeneinander 456
Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie, 2. Aufl. (Jander-Wendt) 192 [L]
Lehrbuch der organischen Chemie (Holleman-Richter) 31. u. 32. Aufl. 299 [L]
Leichenteile, Bestimmung von Alkohol 159
Leichtmetallanalyse (Ginsberg) 119 [L]
Lichtabsorption bei der Bestimmung von Fremdfetten in Hühnerfett 400
Limonenperoxyd, Halbstufenpotential 388
Linolenperoxyd, Halbstufenpotential 388
Lipoide, Bestimmung acylierbarer Hydroxylgruppen 153
Lithium, Bestimmungsmethoden 216; flammenphotometrische Bestimmung 196
Lithiumcarbonat, thermische Beständigkeit 283
Lithiumchlorid, Diffusionsstromstufe der eutektischen Schmelze mit Kaliumchlorid 203
Localanaesthetica, polarographische Bestimmung 203
Lösungen, polarographische Untersuchung von Lösungen zweier reduzierbarer Substanzen 203
Luft, Eisen(III)-rhodanidpapier als Reagens für Luftuntersuchungen 421; Bestimmung giftiger Gase und Dämpfe 445; Analyse von Atemluft durch Messung der Wärmeleitfähigkeit 140; spektrochemischer Nachweis von Argon 194; Bestimmung von Spuren von Beryllium 219; kleiner Mengen Kohlenmonoxyd 446; von Selen 452; des Gehaltes an ungesättigten Kohlenwasserstoffen 446; kleinster Ölmengen 448; von Trichloräthylen 447
Luminal siehe Phenobarbital
Luminolindicatorpapier, zum Nachweis von Wasserstoffperoxyd 215
Lupinusarten, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 75

Magnesium, Einfluß auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; flammenphotometrische Bestimmung 196; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 219; ringchromatographische Bestimmung 222; Bestimmung durch thermometrische Titration 220; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Trennung von Calcium durch Fällung mit Ammoniummolybdat 221; komplexometrische Bestimmung neben Calcium 221; Bestimmung in Mineralwasser 450; in Alkaliverbindungen 220; in Reinstaluminium 461; in Eisensorten 250; Genauigkeit der flammenphotometrischen Bestimmung in Böden und Pflanzen 43; Bestimmung von pflanzenaufnehmbarem Magnesium 45; komplexometrische Bestimmung in biologischem Material 134; indirekte komplexometrische Bestimmung der Erdalkalien neben Magnesium 419; von Calcium neben Magnesium 417
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 460
Malathion, polarographische Untersuchung der Reinheit 48
Maltose, Tüpfelnachweis 307; Bestimmung mit komplexonhaltiger Kupferlösung 41; biochemische Bestimmung 386
Mandelsäure, Bestimmung 301
Mangan, Absorptionsspektra von Salzen in Dimethylformamid 357; Schnellbestimmung 455; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; flammenphotometrische Bestimmung 196; röntgenspektroskopische Bestimmung 198; R_f-Wert des Chelates 428; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Bestimmung kleiner Mengen in Natronlauge 370; röntgenspektralanalytische Bestimmung in Eisen 197; Bestimmung des leichtlöslichen Anteiles im Boden 45
Mangan(II), oxydimetrische Bestimmung 370; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 246; papierchromatographische Trennung von anderen Metallen als Chelat 427
Marbadal, Analytik 68
Marfanil, Analytik 68
Marfanil-Prontalbin, Analytik 68
Margarine, photometrische Bestimmung von Vitamin A 442
Massenspektrometer, Radiofrequenzmassenspektrometer 198
Medomin, Identifizierung 66
Menschenblutserum, siehe Blutserum
Menthanperoxyd, Halbstufenpotential 388

Mercaptobenzthiazol, Reagens zur Bestimmung von Silber 329; zur heterometrischen Bestimmung von Quecksilber 225
Mercaptophenylthiothiadiazolon, zur Bestimmung von Silber 329
Mesaconsäure, verteilungschromatographische Bestimmung 52
Messen und Rechnen in der Physik (Stille) 193 [L]
Metalle, Fällungen mit monosubstituierten Dithiocarbaminaten 280; Bestimmung als Sulfide 279; spektrochemischer Nachweis von Wasserstoff 194; colorimetrische Mikrobestimmung von Bor 451; Bestimmung von Kohlenstoff durch Hochfrequenzverbrennung 457; von Sauerstoff ohne Verwendung von Hochvakuum 458; siehe auch Übergangsmetalle sowie zweiwertige Metalle
Metallkationen, verteilungschromatographische Abtrennung von Uran 366
Metallkunde, Grundlagen (Masing) 119 [L]
Metall-Oxychinolinverbindungen, p_H-Bereiche der Fällung 281
Methanol, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86; Einfluß auf die Wasserbestimmung nach Karl Fischer 13
Methoden der organischen Chemie (Houben-Weyl) 4. Aufl. 298 [L]
New Methods in Analytical Chemistry (Belcher-Wilson) 271 [L]
3-Methoxy-N-methylmorphinan, Nachweis 79
3-Methoxy-morphinan, Nachweis 79
Methylcyclopropan, chromatographische Abtrennung 428
Methylendioxyd, Mikrobestimmung 311
Methylhydroperoxyd, Halbstufenpotential 388
Methylhydroxyd, Halbstufenpotential 388
Methylperoxyd, Halbstufenpotential des Methacrylats 388
Methylphenobarbital, Identifizierung 66
N-Methyl-α-Phenylsuccinimid, siehe Milontin
Methylumbelliferon, chromatographische Abtrennung 435
Methylxanthin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Metol, Bestimmung mit Jodmonochloridlösung 284
Metrotonin, toxikologischer Nachweis 160; R_f-Wert 160
Mikroabsorptionsanalyse, Apparatur 196
Mikroanalyse, Verwendung von substituierten Dithiocarbaminaten 280
Mikronährstoffe, Bestimmung im Boden 45
Mikropipette zum Abmessen schwer auswaschbarer Flüssigkeiten 362
Milch, Bestimmung des Neutralisationsgrades 438
Milchsäure, papierchromatographisches Verhalten 320; Bestimmung in Kulturen von Milchsäurebakterien 57
Milchsäurebakterien, Bestimmung von Milchsäure in Kulturen 57
Milontin, Bestimmung 148
Mineralöl, turbidimetrische Bestimmung von Naphthensäure 452
Mineralwasser, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 450
Mises au point de Chimie Analytique (Gautier) 3. Serie 193 [L]
Molybdän, Mikronachweis 363; Trennung von Vanadium durch Ionenaustausch 363; gleichzeitige photometrische Bestimmung neben Vanadium 291; röntgenspektroskopische Bestimmung im Stahl 198; Bestimmung des leichtlöslichen Anteiles im Boden 45
Monazit, Bestimmung von Thorium 238; colorimetrische Uranbestimmung 365
Monoalkylbenzole, Ultrarotcharakterisierung der Substitution von Seitenketten 389
Monocarbonsäuren, chromatographische Abtrennung 319
Monochloressigsäure, Schnellanalyse 429
Monophosphat, Bestimmung in Lebensmitteln 392
Monosaccharide, Bestimmung durch Chemoluminescenz 202
Morphin, titrimetrische Bestimmung 78; R_f-Wert 160; Bestimmung in Opium 79
Morphinderivate, Nachweis 79
Mutterkornalkaloide, Bestimmung 80; Titration in wasserfreier Lösung 240; Bestimmung der wasserlöslichen Mutterkornalkaloide 80; papierchromatographische Bestimmung 239; papierchromatographische Trennung der wasserlöslichen Mutterkornalkaloide 240

Nährstoffe, siehe Mikronährstoffe
Nahrungsmittel, Bestimmung von Bleispuren 445; siehe auch Lebensmittel
Naphthawasser, siehe Wasser

Naphthensäuren, turbidimetrische Bestimmung in Wässern und Mineralöl 452
Narconumal, Identifizierung 66
Natrium, Analyse von Radionatrium 199; Beeinflussung anderer Elemente in der Flammenphotometrie 83; flammenphotometrische Bestimmung 196; in Reinaluminium 461; Bestimmung in Lösungen komplexer Cyanide 216; von Spuren in Silicium 121; in Knochen durch Ionenaustauschchromatographie 133; im Urin durch Ionenaustausch 133
Natriumacetat, thermische Beständigkeit 282
Natriumcarbonat, thermische Beständigkeit 282
Natriumdithionit, Nachweis 297
Natriumhydrogencarbonat, thermische Beständigkeit 282; Bestimmung in Backpulvern 442
Natriumhypochlorit, Bestimmung durch Chemolumineszenz 202
Natriumlaurylsulfat, chemische Charakteristiken 125
Natronlauge, Bestimmung von wenig Mangan 370
Neodym, Halbstufenpotential 230
Neriifolin, R_f-Wert 128
Neurin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Neutralisationsgrad, Bestimmung in Milch 438
Nichtleitende Stoffe, spektrochemische Analyse 194
Nichtmetalle, spektrochemischer Nachweis mit dem Niederspannungsfunken 194
Nickel, Absorptionsspektra von Salzen in Dimethylformamid 357; Störung der Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375; Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; Schnellbestimmung 455; R_f-Wert des Chelates 428; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; komplexometrische Bestimmung nach Fällung von störenden Metallen mit Thioacetamid 376; elektrolytische Bestimmung in Gegenwart von Zink 376; Bestimmung kleinster Mengen in Kupfersalzen 114; polarographische Bestimmung in Kupfer und seinen Salzen 460; Bestimmung in Reinstaluminium 461; röntgenspektroskopische Bestimmung in Stahl 198; in Chromnickelstählen 197; Bestimmung in Bier 398; Mikrobestimmung von Silicium in Kathodennickel 254
Nickel(II), papierchromatographische Trennung als Chelat von anderen Metallen 427
Nickelchromstähle, siehe Chromnickelstähle
Nickeldimethylglyoxim, Extraktion kleinster Mengen mit Chloroform 114
Nicotin, R_f-Wert 160; Bestimmung in Zigaretten 442; in Zigarettenrauch 54
Nicotinsäurehydrazid, Tüpfelnachweis 307; Abtrennung durch Craig-Verteilung 131
Niederschläge, Filtration schwer filtrierbarer Niederschläge 361
Nierengewebe, papierchromatographische Trennung der vorkommenden Phosphorsäureester 146
Niob, Trennung von Tantal 292; röntgenspektroskopische Bestimmung in Eisen 198; spektrophotometrische Bestimmung von Tantal neben Niob 293
p-Nitranilin, Bestimmung neben p-Anisidin 391
Nitrat, Einfluß auf die Bestimmung von Quecksilber(II) mit Ascorbinsäure 35
Nitrit, Bestimmung mit dem System Brom-Quecksilber(II)-sulfat 280
1-Nitroanthrachinon, R_f-Wert 390
1-Nitroanthrachinon-5-natriumsulfonat, Bestimmung 308
Nitrobenzaldehyde, Identifizierung 346
o-Nitrobenzoesäure, Bestimmung 308
p-Nitrobenzolazoresorcin, Bestimmung 308
Nitroglycerin, Bestimmung kleiner Mengen mit Hilfe der Brucinfärbung 369
Nitroguanidin, Bestimmung 308
1-Nitronaphthalin, R_f-Wert 390
p-Nitrophenylhydrazin, Tüpfelnachweis 307
2-Nitrophenylsulfenylchlorid, Titration 434
Nitroprussidnatrium. Reagens zur Bestimmung von Aceton 384
1-Nitroso-2-naphthol, Reagens zur amperometrischen Bestimmung von Eisen 372
Nitroso-R-salz, Bestimmung 308
Noctal, Identifizierung 66
Noradrenalin, fluorimetrische Bestimmung 68
Nucleinsäuren, papierchromatographische Bestimmung der Komponenten 158

Nucleotidfolge, Bestimmung in Polyribonucleotiden 158

Oberflächenaktive Substanzen, Qualitative und quantitative Ermittlung der Bestandteile 43; Bestimmung substituierter Alkylphenole und monosulfonierter Diphenyle 42; zur Beseitigung der Mitfällung von Ionen durch Sulfidniederschläge 278
Oberflächenwasser, siehe Wasser
Ochsenschwanzfleisch, Proteingehalt 440
Öl, Bestimmung in der Luft 448; siehe auch ätherische Öle
Ölsäurederivate, Nachweis in oberflächenaktiven Stoffen 43
Ölsäureperoxyd, Halbstufenpotential 388
Oestradiol-17β, papierchromatographischer Nachweis 127
Oestradiol-3-benzoat, papierchromatographischer Nachweis 127
Oestradiol-3,17-diacetat, papierchromatographischer Nachweis 127
Oestradiol-3,17-dipropionat, papierchromatographischer Nachweis 127
Oestrogenäther, papierchromatographische Auftrennung 127
Oestrogene, fluorimetrische Bestimmung im Harn 154; verteilungschromatographische Trennung in Harnextrakten 154
Oestrogenester, papierchromatographische Trennung 127
Oestron, papierchromatographischer Nachweis 127
Oestronacetat, papierchromatographischer Nachweis 127
Oleandrigenin, R_f-Wert 128
Oleandrin, R_f-Wert 128
Olefine, UV-absorptiometrische Bestimmung 314; Bestimmung in Gasen 448
Oleyalkohol, papierchromatographische Abtrennung 315
Oligosaccharide, biochemische Bestimmung 386
Oniumverbindungen, analytische Anwendungen 281
Opium, Bestimmung der Herkunft 77; Bestimmung von Morphin 79
Opiumalkaloide, papierchromatographische Trennung und Identifizierung 77
Organic Analysis, (Mitchell jr., Kolthoff, Proskauer u. Weissberger) 2. Bd. 298 [L]
Organische Basen, Bestimmung mit Polytest 281; nichtwäßrige Titration in Acrylnitril 314
Organische Chemie, Lehrbuch (Hollenmann-Richter) 31 und 32. Aufl. 299 [L]; Methoden (Houben-Weyl) 4. Aufl. 298 [L]
Organische Dünger, Schnellbestimmung von Stickstoff, Phosphor und Kalium 56
Organische Lösungsmittel, Verwendung in der Papierelektrophorese 207
Organische Reagentien, Wirksamkeit in der qualitativen und quantitativen Analyse 358; siehe auch Reagentien
Organische Säuren, nichtwäßrige Titration in Acrylnitril 314
Organische Stoffe, Nachweis durch Tüpfeln mit o-Dinitrobenzol 307; Mikrobestimmung von Phosphor 303
Organische Substanzen, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86; qualitative Analyse 307; Veraschung auf nassem Wege 299; Bestimmung mit Jodmonochloridlösung 284; colorimetrische Schnellbestimmung in der Erde 46; schnelle Mikrobestimmung von Quecksilber 137; Bestimmung von Arsen, Antimon und Zinn 303; von Schwefel 305; von Chlor, Brom und Jod 306
Organische Verbindungen, Bestimmung des Oxydationswertes nichtflüchtiger Verbindungen 308
Orthophosphat, komplexometrische Bestimmung 286; Bestimmung in Lebensmitteln 392
Oxalat, Einfluß auf die photochemische Reduktion von Uran(VI) 183
Oxalsäure, papierchromatographisches Verhalten 320; verteilungschromatographische Bestimmung 52
3-Oxy-N-allyl-morphinan, Nachweis 79
p-Oxybenzoesäure, Bestimmung in Fruchtsäften 395
p-Oxybenzoesäureester, Bestimmung in Fruchtsäften 395
p-Oxybenzylsenföl, Bestimmung in Gemischen 55; in Samen und Pflanzenteilen 55
β-Oxybuttersäure, Bestimmung in biologischem Material 301
8-Oxychinolin, Bestimmung mit Hochfrequenztitrimetern 202
o-Oxychinolin-Kaliumhydrogensulfat (Chinosol), Nachweis im Tabak 441
Oxydationswert, Bestimmung von nichtflüchtigen organischen Verbindungen 308

Oxydkathoden, flammenphotometrische Untersuchung 195
Oxymethylfurfurol, Bestimmung in Honig und Kunsthonig 400
3-Oxy-N-methylmorphinan, Nachweis 79
3-Oxymorphinan, Nachweis 79
2-Oxy-1-naphthaldehyd, Identifizierung 346
3-(2-Oxyphenyl-)3,4-dihydrochinoxalin, Bestimmung mit Hochfrequenztitrimetern 202
o-Oxyphenylessigsäure, Bestimmung in Penicillingärlösungen 57

Palladium, p_H-Bereich der Oxychinolinfällung 281; Nachweis und Mikrobestimmung 377; polarographische Bestimmung 377; Abtrennung durch Ionenaustausch 379; papierchromatographische Bestimmung und Abtrennung in Erzen 377; Bestimmung nach dem Probierverfahren in Bleikörnern 378
Palmiton, Bestimmung 313
Papierchromatographie, Zerstäuber 212; Apparat zum Aufbringen mehrerer Tropfen 212; Anwendung der Streifenpapierchromatographie 209; registrierende Hochfrequenzpapierchromatographie 93; Methodik mit Hilfe von Ionenaustausch 275; Verwendung von Petroleum getränktem Papier zu Trennungen 389; Gesetzmäßigkeiten zwischen Papiersorte, Lösungsmittel, Sauggeschwindigkeit und anderem 210; Einwirkung von Konzentration und Sorption auf die Kationenwanderung 208; schnelle Eluierung von Substanzflecken 212; Messung fluorescierender Stoffe auf Papierchromatogrammen 211; Trennung anorganischer Ionen mit Tetrahydrofuran-Salzsäuregemischen 211; Verdünnungspapierchromatographie bei der Untersuchung von Phenol-Formaldehydharzen 122; Bedeutung für die Pharmakologie 60; Identifizierung von Substanzen mit Polyphenoloxydase 211
Papierelektrophorese, Ionenkonzentration und Bandbreite 207; Verwendung von organischen Lösungsmitteln 207; Abhängigkeit der Wanderweiten vom p_H-Wert 208; Küvette zur Fraktionierung von Proteingemischen 207; Prüfung der Zuverlässigkeit der Elektrophorese von Harnproteinen 151
Parathion, UV-spektrophotometrische Bestimmung 48
Pasten, Bestimmung des Wassergehaltes 60; polarographische Bestimmung von Acriflavin 130
Penicillin, Bestimmung in Futtergemischen 56; chemische Bestimmung 125; spektrophotometrische Bestimmung in Arzneipräparaten 125
Penicillingärlösungen, Bestimmung von o-Oxyphenylessigsäure 57
Pentabromaceton, Bestimmung von Citronensäure als Pentabromaceton im Wein 396
Pentaerythrit, Bestimmung der Reinheit von Handelspräparaten 58
Pentobarbital, Identifizierung 66
Perchlorate, Schnellbestimmung 369; Einfluß auf die Bestimmung von Quecksilber(II) mit Ascorbinsäure 36; auf die photochemische Reduktion von Uran(VI) 183
Perchloratocer(IV)-säure, elektrolytische Darstellung und Einstellung 285
Peressigsäure, Halbstufenpotential 388
Perjodsäure zur Bestimmung von rotem Phosphor 239
Permanganat, maßanalytische Bestimmung neben Kaliumdichromat 371
Permanganatverbrauch, Bestimmung in Abwässern 454
Pernocton, Identifizierung 66
Peroxyde, Polarographie organischer Peroxyde 387; Nachweis in Fetten 398
Peroxydverbindungen, colorimetrische Bestimmung von organischen Peroxydverbindungen 387
Pervitin, toxikologischer Nachweis 160; R_f-Wert 160
Pflanzen, Genauigkeit der flammenphotometrischen Bestimmung von Kalium, Calcium und Magnesium 43; colorimetrische Mikrobestimmung von Bor 451
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Calcium 49; von Schwefel als Sulfat 295; Nachweis von Chelidonsäure 132
Pflanzenteile, Bestimmung von p-Oxybenzylsenföl 55
p_H-Bereich der Fällung einiger Metall-Oxychinolinverbindungen 281
p_H-Messungen, Genauigkeit 207
p_H-Werte, Messungen mit der Glaselektrode 206
Pharmakologie, Bedeutung der Papierchromatographie 60
Pharmazeutische Produkte, Titration in nichtwäßriger Lösung 61; Bestim-

mung des Aureomycinhydrochloridgehaltes 72
Phenacetin, Bestimmung in Gegenwart von Coffein 69
Phenobarbital (Luminal), Identifizierung 66
Phenol, mikrophotometrische Bestimmung geringer Mengen 432
Phenole, acidimetrische Bestimmung 431; Bestimmung durch Kupplungsreaktionen 432; durch Chemolumineszenz 202; papierchromatographische Trennung 433; Nachweis der freien Para-Stellung 433
Phenol-Formaldehydgemische, Titration von Formaldehyd 310
Phenol-Formaldehydharze, Untersuchung durch Verdünnungspapierchromatographie 122; Bestimmung von Hexamethylentetramin 122
Phenol-Formaldehyd-Kunstharzerzeugnisse, Nachweis von Füllstoffen 122
Phenolharze, ultrarotspektroskopische Untersuchung von Mischungen mit Buna N 123
N-Phenylanthranilsäure, Indicator bei der cerimetrischen Bestimmung von Uran 401; Reaktion mit Cer(IV)-sulfat 403
Phenylendiamine, Bestimmung mit Jodmonochloridlösung 284
Phenylfluoron, Reagens zur Bestimmung von Germanium 234
Phenylhydrazinchlorid, Tüpfelnachweis 307
Phenylhydroxylamin, Farbreaktion 307
Phenylphenole, papierchromatographische Trennung 433
Phenylquecksilberacetat, polarographische Analyse 47
Phosphat, Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; auf die photochemische Reduktion von Uran(VI) 183; Bestimmung und Abtrennung 277
Phosphate, kondensierte, papierchromatographische Bestimmung in Lebensmitteln besonders in Schmelzkäse 391
Phosphit, Bestimmung mit Dichromat 333
Phosphoglycerinsäure, papierchromatographische Trennung von 2- und 3-Phosphoglycerinsäure 386
Phosphor, ^{32}P zur Bestimmung von Fluor 367; Verwendung von radioaktivem Phosphor zur Bestimmung von Vitamin D 444; Bestimmung von rotem Phosphor durch Oxydation 238; Bestimmung in Aluminium und Aluminiumoxyd durch Aktivierungsanalyse 457; des organischen Phosphors in Seewasser 451; in organischen Stoffen 303; in organischem Dünger 56
Phosphormolybdänsäure, Reagens zur spektrophotometrischen Bestimmung von Aureomycinhydrochlorid 72
Phosphorsäure, Bestimmung als Phosphormolybdänsäure 287; Abtrennung von Eisen und Vanadin 286; Vergleich von Methoden zur Extraktion aus dem Boden 43
Phosphorsäureester, papierchromatographische Trennung der Phosphorsäureester des Nierengewebes 146
Photometer, automatisch registrierendes Photometer zu Serienmessungen 201; vergleichende Messungen 201
Phthalimiddithiocarbaminat, Verwendung in der Mikroanalyse 280
Pilze, Untersuchung von Mitteln gegen Pilze 49
Pinanperoxyd, Halbstufenpotential 388
Pinenperoxyd, Halbstufenpotential 388
Piperonal, Identifizierung 346; polarographische Bestimmung 309
Plasma, Bestimmung von Eisen 143; des an β_1-Globulin gebundenen Eisens 143; von Kreatinin 149
Platin, Abtrennung durch Ionenaustausch 379; papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung in Erzen 377
Platinerze, papierchromatographische Trennung und Bestimmung der einzelnen Metalle 377
Platinmetalle, Übersicht über die Extraktionsanalyse 377; Trennung mit Hilfe von Ionenaustauschern 379
Polamidon, toxikologischer Nachweis 160; R_f-Wert 160
Polarographie, Untersuchung von Lösungen mit zwei reduzierbaren Substanzen 203; komplexer Verbindungen 203
Polaroskop, siehe elektronisches Polaroskop
Polonium, Abtrennung von S, Se und Te durch Anionenaustausch 297
Polyäthylenglykol-Sorbitan-Monooleat, Prüfung 133
Polybutadiene, ultrarotspektroskopische Untersuchung 123
Polypeptide, Übersicht über die Elektrophorese und Chromatographie 150
Polyphenole Bestimmung in Lebensmitteln 393

Polyphenoloxydase zur papierchromatographischen Identifizierung von Substanzen 211
Polyphosphate, Bestimmung in Lebensmitteln 392
Polyribonucleotide, Bestimmung der Nucleotidfolge 158
Polysaccharide, Fällung saurer Polysaccharide mit quaternären Ammoniumsalzen 386; Bestimmung von Carboxylgruppen und Schwefelsäuregruppen 386
Polytest (Natriumtetraphenyloborat) zur Bestimmung von Kalium, Ammonium und organischen Basen 281
Polytropblau R, siehe Solochrombrillantblau B
Porphyrine, theoretische Grundlagen der Gegenstromtrennung 438; chromatographische Trennung als Methylester 438
Potentiometrische Titrationen mit bimetallischem Elektrodensystem 206
Praseodym, Halbstufenpotential 230
Preludin, toxikologischer Nachweis 160; R_f-Wert 160
Procain, Entfernung bei der Bestimmung von Procainesterase 146
Procainesterase, colorimetrische Bestimmung in Blutserum 146
Propionsäure, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Proteine, chromatographische Trennung an Calciumphosphatsäulen 150; papierelektrophoretische Analyse der Serumproteine 151; siehe auch Harnproteine
Proteingemische, Küvette zur papierelektrophoretischen Fraktionierung 207
Prothrombin, Bestimmung in Blut 154
Protocatechualdehyd, polarographische Bestimmung 309
Protocevin, papierchromatographische Abtrennung 76; R_f-Wert 76
Psoralen, chromatographische Abtrennung 435
Pulver, polarographische Bestimmung von Acriflavin 130
Purinderivate, bromometrische Untersuchung 61
Purine, polarographische Bestimmung 203; Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 51
Purpureaglucosid, R_f-Wert 128
Purpureokobaltchlorid, siehe Chloropentamminkobalt(III)-chlorid
Pyramidon, R_f-Wert 160; colorimetrische Bestimmung im Serum 157
Pyridin, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Pyridincarbonsäuren, polarographische Bestimmung 203
Pyrimidine, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 51
Pyrogallol, Tüpfelnachweis 307
Pyrogallolcarbonsäure, Indicator für komplexometrische Titrationen 416
Pyrohydrolyse zur Bestimmung von Halogen-Ionen 368
Pyrophosphat, komplexometrische Bestimmung 286; Bestimmung in Lebensmitteln 392

Quantitative Analyse für chemische und pharmazeutische Laboratorien (Autenrieth-Keller) 9. Aufl. 239 [L]
Quecksilber, Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 342; quantitative Bestimmung 279; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; alkalimetrische Bestimmung 224; heterometrische Bestimmung mit Mercaptobenzthiazol 225; Trennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Abtrennung kleiner Mengen von Gold 225; schnelle Mikrobestimmung in organischen Substanzen 137
Quecksilber(I), qualitative Trennung von Silber und Blei 277
Quecksilber(II), colorimetrische Bestimmung durch katalysierte Zersetzung von Ferrocyanid 224
Quecksilber(II)-chlorid, Bestimmung mit Ascorbinsäure durch Reduktion zu Quecksilber(I)-chlorid 29
Quecksilber(II)-sulfat-Brom, Anwendung in der anorganischen Analyse 280

Radiochemische Analyse, Anwendungen 199
Raffinose, Bestimmung in Zuckerrübenprodukten 50
Ranzidität, Bestimmung in Speiseölen 398
Reagentien, Selektivität und Spezifität organischer Reagentien 278
Rechnen in der Chemie (Wittenberger) 1. Teil, 3. Aufl. 272 [L]
Redoxpotential, Untersuchung in Aluminiumbronzen 462
Redukton, Nachweis in Gelatine 60
Reinaluminium, flammenphotometrische Bestimmung von Natrium 461; Bestimmung von Kupfer 463
Reinheit, Prüfung mit Hilfe der Schmelzpunktbestimmung 361

Reinstaluminium, Analyse 461
Reversion, Bestimmung in Speiseölen 398
Rhamnose, Farbreaktion 307
Rhenium, quantitative Bestimmung 279; Reaktionen mit Thioharnstoff, Thiosemicarbazid und Diphenylthioharnstoff 371; colorimetrische Bestimmung mit Thioharnstoff 371
Rhodium, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 377; Abtrennung durch Ionenaustausch 379; Trennung von Iridium durch Ionenaustausch 380
Riboflavin, Gehaltsbestimmung 64; absorptiometrische und polarographische Bestimmung 443
d-Ribose, cerimetrische Bestimmung 383
Ritalin, R_f-Wert 160
Röntgenspektralanalyse, Anwendungen 197
Röntgenspektrograph 197
Röntgenspektrometer mit gebogenem Kristall 197
Röntgenstrahlen zur Fluorescenzspektroskopie 197
Rongalit, Nachweis 297; Identifizierung 311
Ruthenium, spektrophotometrische Bestimmung 378

Saccharinnatrium, Bestimmung 69
Saccharose, biochemische Bestimmung 386
Säulenchromatographie, Gerät zur Abmessung der Volumina 213; Grundlagen und neue Erkenntnisse 213; Verwendung von Schwefel als Adsorbens 213; Trennung von Zuckern an Kohle oder Cellulosepulver 40; von Proteinen an Calciumphosphatsäulen 150
Säureanilide zur papierchromatographischen Trennung von Fettsäuren 318
Säuren, Darstellung von 0,1 n Säuren 282; Identifizierung der stickstofffreien Säuren in der Zückerrübe 51; verteilungschromatographische Identifizierung und Bestimmung stickstofffreier organischer Säuren im Zuckerrohr 52
Salben, Bestimmung des Wassergehaltes 60
Salbengrundlagen, Vorschläge zur Prüfung 133
Salicylaldehyd, Identifizierung 346; polarographische Bestimmung 309; Derivate, zum Nachweis und zur fluorimetrischen Bestimmung von Zink 223
Salicyloylhydrazone bei der Bestimmung von Phenolen 432
Salpetersäure, konduktometrische Schnellbestimmung 238
Samarium, Halbstufenpotential 230
Samen, Bestimmung von p-Oxybenzylsenföl 55
Sandoptal, Identifizierung 66
Sanguinaria canadensis, Trennung von Sanguinarin und Chelerythrin 73
Sanguinarin, chromatographische Abtrennung 73
Sauerstoff, Bestimmung von Spuren in Gasen 359; kontinuierliche Mikrobestimmung gleichzeitig mit Kohlendioxyd 140; Bestimmung in Metallen ohne Verwendung von Hochvakuum 458; in Titan und Titanlegierungen 464
Sauerstoffsättigung, Bestimmung in Hämoglobin 140
Sauerstoffverbrauch, Bestimmung in Abwässern 454
Scandium, thermogravimetrische Untersuchung des Kupferronats 227; komplexometrische Bestimmung mit Eriochromschwarz T als Indicator 227
Schädlingsbekämpfungsmittel, polarographische Analyse von Phenylquecksilberacetat 47; Untersuchung von Mitteln gegen Algen, Pilze und Flechten 49
Schildkrötenfleisch, Proteingehalt 440
Schinken, Proteingehalt 440
Schmelzkäse, papierchromatographische Bestimmung kondensierter Phosphate 391
Schmelzpunkt, Bestimmung zur Reinheitsprüfung 361
Schoenocaulon officinale, Trennung der Alkaloide 76
Schwefel, Verwendung als Adsorbens in der Säulenchromatographie 213; spektrochemischer Nachweis mit dem Niederspannungsfunken 194; turbidimetrische Bestimmung von freiem Schwefel 293; Bestimmung in organischen Substanzen durch Aufschluß im geschlossenen Rohr 306; Abtrennung von Se, Te und Po durch Anionenaustausch 297; Bestimmung als Sulfat in Eisenerzen 296; im Stahl 295; in Eisen, Stahl und Pflanzenmaterial 295; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 305; gravimetrische Bestimmung kleiner Mengen Tellur 297

Schwefelsäure, Darstellung von 1 n Schwefelsäure 282
Schwefelsäuregruppe, Bestimmung in Polysacchariden 386
Schwefelwasserstoff, Ersatz durch Thioacetamid in der qualitativen Analyse 276; Bestimmung von Spuren in Wasserstoff 293
Scopolamin, papierchromatographische Bestimmung 74
Sedimente, rasche Präzisionsbestimmung von Kalk 100
Seewasser, Bestimmung des organischen Phosphors 451
Seignettesalz, thermische Beständigkeit 282
Selen, Abtrennung von S, Te und Po durch Anionenaustausch 297; Bestimmung in Wasser und Luft 452
Seltene Erden, thermogravimetrische Untersuchung der Kupferronate 227; Fällung aus homogener Lösung 229; polarographische Untersuchung 230; papierchromatographische Trennung 230; Trennung an Ionenaustauschern mit einem Elutionsmittel von kontinuierlich sich änderndem p_H-Wert 230; Trennung von Thorium 229, 238
Senföl, Bestimmung in Futtermitteln und Futterpflanzen 55
Serum, Bestimmungsmethoden für Calcium 135; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 136, 221; Bestimmung von Eisen 143; des an β_1-Globulin gebundenen Eisens 143; von Barbituraten 148; von Pyramidon 157; von Glucosamin 152; papierelektrophoretische Analyse der Proteine 151; Bestimmung von Kreatinin 149; siehe auch biologisches Material
Silber, Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 342; auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; als Katalysator bei der Bestimmung von Phosphit und Hypophosphit 333; quantitative Bestimmung 279; Bestimmung mit Anthranilsäure 285; flammenphotometrische Bestimmung 196; amperometrische Titration mit Mercaptophenylthiothiadiazolon und Mercaptobenzthiazol 329; qualitative Trennung von Quecksilber(I) und Blei 277
Silberperjodat zur colorimetrischen Bestimmung von Mangan in Natronlauge 370
Silberpermanganat, Zersetzungsprodukt als Indicator in der organischen Elementaranalyse 299
Silbersalz zur Fällung von Cyanoferrat(II) 374
Silicium, Bestimmung in Gegenwart von Fluor 233; Bestimmung in Reinstaluminium 461; in Kathodennickel 254; in siliciumorganischen Verbindungen 307; von Spurenverunreinigungen durch Aktivierungsanalyse 121
Siliciumorganische Überzüge in der Ultramikroanalyse 360
Siliciumorganische Verbindungen, Bestimmung von Silicium 307
Silumin, Bestimmung von Kupfer 463
Sinnopon, chemische Charakteristiken 125
di-SNADNS, siehe 2-7-di-(4-Sulfonaphthyl-azo)-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure
Solochrombrillantblau B, Reagens zur photometrischen Bestimmung von Beryllium 219
Soneryl, Identifizierung 66
Sorbit, Gehaltsbestimmung 64
l-Sorbose, Tüpfelnachweis 307
Speiseöle, Bestimmung des Grades der Ranzidität und Reversion 398
Spektralanalyse von nichtleitenden Stoffen 194; von Nichtmetallen mit dem Niederspannungsfunken 194
Spiegelbildungsvermögen, Bestimmung in Aluminiumbronzen 462
Spurenelemente, röntgenspektralanalytische Bestimmung nach Anreicherung durch Ionenaustauschmembranen 198
Spyrogyra arcta, Bestimmung von Tannin 54
Stahl, gleichzeitige photometrische Bestimmung von Vanadium und Molybdän 291; Bestimmung von Schwefel als Sulfat 295; von Chrom in nichtrostendem Stahl 362; von Chrom, Nickel und Molybdän 198
Stearon, Bestimmung 313
Stickstoff, Aufklärung der Reaktionen bei der Kjeldahlbestimmung 302; Alizarin als Indicator bei der Kjeldahlbestimmung 301; Mischindicator bei der Mikrobestimmung nach Kjeldahl 301; Verwendung von selenhaltigem Katalysator bei der Bestimmung nach Kjeldahl ohne Destillation 302; Kjeldahlaufschlüsse im zugeschmolzenen Rohr 302; Mikrobestimmung im Destillierapparat nach Parnas 301; Bestimmung von Gesamtstickstoff in organischem Dünger 56; in Stoffwechselprodukten 139; siehe auch Amidstickstoff

Stilboestrol, papierchromatographischer Nachweis 127
Stilboestroldiacetat, papierchromatographischer Nachweis 127
Stilboestroldimethyläther, papierchromatographischer Nachweis 127
Stilboestroldipropionat, papierchromatographischer Nachweis 127
Stoffwechselprodukte, Bestimmung von Stickstoff 139
Streptocid, Bestimmung neben Anilin 391
Strontium, Einfluß auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; flammenphotometrische Bestimmung 195, 196; neben Ba und Ca 222; indirekte komplexometrische Titration mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator 419
Strophantidin, R_f-Wert 128
Strophantidol, R_f-Wert 128
Strospesid, R_f-Wert 128
Strychnin, R_f-Wert 160
Styrol-Butadien-Copolymere, ultrarotspektroskopische Untersuchung 123
Succinimiddithiocarbaminat, Verwendung in der Mikroanalyse 280
Suchtmittel, Nachweis von synthetischen, basischen Suchtmitteln im Harn 159
Sulfacetamid, papierchromatographische Bestimmung 69
Sulfaguanidin, papierchromatographische Bestimmung 69
Sulfamethazin, papierchromatographische Bestimmung 69
Sulfanilamid, papierchromatographische Bestimmung 69; siehe auch Streptocid
Sulfat, Bestimmung als Bariumsulfat 294; colorimetrische Bestimmung 296
Sulfathiazol, papierchromatographische Bestimmung 69
Sulfenylhalogenide, Titration aromatischer Sulfenylhalogenide 434
Sulfide, Bestimmung von Metallen als Sulfide 279
Sulfidniederschläge, Beseitigung der Mitfällung durch oberflächenaktive Stoffe 278
Sulfit, Titration mit Jodmonochloridlösung 283; Nachweis in Gelatine 60; Bestimmung von Thioglykolsäure neben Sulfiten in Kaltwellpräparaten 59
Sulfonamide, Störung des Urobilinogennachweises bei der Harnuntersuchung 155; bromometrische Untersuchung 61; papierchromatographische Trennung 69; polarographische Bestimmung 203
2,7-di-(4-Sulfonaphthylazo)-1,-8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure (di-SNADNS), Reagens zur spektrophotometrischen Thoriumbestimmung 347
Sulfoveratroylcevin, R_f-Wert 77
Suppenpräparate, Bestimmung des Fleischgehaltes 440
Suprifen, R_f-Wert 160
Supronal, Analytik 68
Syringasäure, verteilungschromatographische Bestimmung 52

Tabak, Nachweis von Chinosol 441; Bestimmung von Chlorogensäure und Kaffeesäure 54
Tabakrauch, Untersuchung mit vollautomatischer Apparatur 55
Tabletten, polarographische Bestimmung von Acriflavin 130
Tallölderivate, Nachweis in oberflächenaktiven Stoffen 43
Tannin, Bestimmung in Spyrogyra arcta 54; in Lebensmitteln 393
Tantal, spektrophotometrische Bestimmung neben Niob 293; Trennung von Niob 292; Bestimmung von Spuren in Silicium 121; röntgenspektroskopische Bestimmung in Eisen 198
Tee, colorimetrische Verfolgung des Fermentationsprozesses an schwarzem Tee 441
Teerprodukte, Bestimmung in Zigaretten 442
Tellur, Schnellbestimmung in Kupfer-Tellurlegierungen 455; Abtrennung von S, Se und Po durch Anionenaustausch 297; gravimetrische Bestimmung in Schwefel 297
Tellur-Kupferlegierungen, Schnellbestimmung von Tellur 455
Terebenthinperoxyd, Halbstufenpotential 388
Terpene, Rundchromatographie 59
Terpenkohlenwasserstoffe, Bestimmung von Schwefel 305
Terpinolenperoxyd, Halbstufenpotential 388
Terramycin, polarographische Bestimmung 71
Tetrametaphosphat, Bestimmung in Lebensmitteln 392
Tetraphosphat, Bestimmung in Lebensmitteln 392
Thallium, Bedingungen der Fällung und Trennung von anderen Stoffen 231; Fällung mit Hypochlorit und organi-

schen Mitfällungsmitteln 232; Trennung von anderen Metallen 232
Thallium(I), coulometrische Bestimmung 231; Bestimmung mit Cyanoferrat(III) in alkalischer Lösung 231
2-Thenoylperfluorobutyrylmethan, Eignung als Chelatbildner für papierchromatographische Trennungen von Metallen 428
2-Thenoyltrifluoraceton, Chelatbildner für papierchromatographische Trennung von Metallen 427
Thioacetamid als Ersatz von Schwefelwasserstoff in der qualitativen Analyse 276; Nachteile der Verwendung als Gruppenreagens in der qualitativen Analyse 276
Thiobarbitursäurederivate, Reaktionen 67
Thioglykolsäure, Bestimmung neben Sulfiten in Kaltwellpräparaten 59
Thioharnstoff, Reagens auf Rhenium 371
Thiopental, Identifizierung 66
Thiosemicarbazid, Reagens auf Rhenium 371
Thiosemicarbazide zur Charakterisierung von Aldehyden und Ketonen 345
Thiosulfat, cerimetrische Bestimmung 28; Titration mit Jodmonochloridlösung 283; Bestimmung mit dem System Brom-Quecksilber(II)-sulfat 280; Nachweis in Gelatine 60
Thorium, Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 343; spektrophotometrische Untersuchung der 5,7-Dibromoxinate 21; Fällung aus homogener Lösung 229; Bestimmung mit p-Aminosalicylsäure 237; mit Diphensäure 237; mit 5,7-Dibromchinolin 23; spektrophotometrische Bestimmung mit 2-7-di-(4-Sulfonaphthylazo)-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure (di-SNADNS) 347; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung mit Komplexonlösung 237; Bestimmung neben Zirkonium 238; neben Ceriterden 238; Trennung von den Seltenen Erden 229; von den Seltenen Erden und Uran 238; Bestimmung in natürlichen Wässern 451; in Monazit 238; in Gesteinen durch Röntgenfluorescenzspektrometrie 236; röntgenspektroskopische Bestimmung in Eisen 198
Thymian, colorimetrische Wertbestimmung 68
Thymoltrübung, Glassuspensionen als Standards zum Vergleich 145
Ticarda, R_f-Wert 160
Tiglinsäure, R_f-Wert 76
Tinkturen, siehe homöopathische Tinkturen
Titan, Abscheidung und Bestimmung 277; Bestimmung in Reinstaluminium 461; in Titanmetall und Titanlegierungen 464; Bestimmung von Aluminium neben Titan 226; von Sauerstoff 464
Titanlegierungen, Schnellbestimmung von Titan 464; Bestimmung von Sauerstoff 464
Titanmetall, Schnellbestimmung von Titan 464
Titanoxyd, Nachweis von Spuren Arsen und Antimon 63
Titansulfat zur Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 215
Titrationen, Veränderung des Gasdrucks zur Endpunktbestimmung 356
p-Toluidinchlorhydrat zur Bestimmung anionaktiver Substanzen 124
4-Tolylthiosemicarbazid zur Charakterisierung von Aldehyden und Ketonen 345
Trauben, Nachweis von Gluconsäure in Weinen aus edelfaulen Trauben 397
Traubensaft, Bestimmung von p-Oxybenzoesäure und ihren Estern 395
Trichloräthylen, Bestimmung in Luft 447
Trichloressigsäure, Bestimmung im Harn 447
Trimetaphosphat, Bestimmung in Lebensmitteln 392
3,4,5-Trimethoxybenzoesäure, R_f-Wert 76
3,4,5-Trimethoxybenzoylcevin, R_f-Wert 77
Trinatriumphosphat, thermische Beständigkeit 282
2,4,6-Trinitrobenzoesäure, Bestimmung 308
2,4,6-Trinitroresorcin, Bestimmung 308
Trinkwasser, komplexometrische Bestimmung von Calcium mit Pyrogallolcarbonsäure als Indicator 418; siehe auch Wasser
Triphenylselenoniumchlorid zur Bestimmung von Wismut 281
Triphosphat, Bestimmung in Lebensmitteln 392
Tritium, Routinebestimmung in Wasser 215
Tropa-Alkaloide, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 74
Tropfenzähler, wechselnder Kapazität in der Chromatographie 426

Tropin, papierchromatographische Bestimmung 74
Tyramin, papierchromatographische Trennung von Histamin 382
Tyrosin, papierchromatographische Trennung von Histamin 382

Übergangsmetalle, Absorptionsspektren der Salze 357
Ultramikroanalyse, Verwendung siliciumorganischer Überzüge 360
Umbelliferon, chromatographische Abtrennung 435
Uran, analytisch wichtige Komplexverbindungen 364; volumetrische Bestimmung mit Cer(IV)-sulfat 401; Bestimmung von Uran(VI) durch photochemische Reduktion mit Alkohol 178; verteilungschromatographische Abtrennung von Metallkationen 366; Trennung von Thorium 238; spektrophotometrische Bestimmung neben Vanadium 366; colorimetrische Bestimmung mit Ammoniumrhodanid 365; Bestimmung in Monazitsand 365; röntgenspektroskopische Bestimmung in Eisen 198
Uranyl-Ionen, Nachweisreaktion 364; Bestimmung mit Morin 365; Bestimmung mit Anthranilsäure 285
Urin, Bestimmung von Natrium 133; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 136; Bestimmung von Blei in Anwesenheit chelatbildender Stoffe 138; von Aceton 384; von Glucose 384; Nachweis einiger Stoffwechselprodukte von Isonicotinsäurehydrazid 157; von Morphinderivaten 79; Bestimmung von Kreatinin 149; siehe auch Harn
Urobilinogennachweis, Störung bei der Harnuntersuchung durch Sulfonamide 155

Vanadium, p_H-Bereich der Oxychinolinfällung 281; Mikronachweis 363; photometrische Bestimmung auf Papierchromatogrammen 290; Abtrennung der Phosphorsäure von Vanadin 286; Trennung von Molybdän durch Ionenaustausch 363; gleichzeitige photometrische Bestimmung neben Molybdän 291; spektrophotometrische Bestimmung neben Uran 366
Vanadium(IV), Störung der Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375
Vanillin, Identifizierung 346; polarographische Bestimmung 309
Vanillinsäure, R_f-Wert 76
Variaminblau B, Indicator zur komplexometrischen Bestimmung von Eisen 373; bei der Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure mit Eisen(III) 373
Veramon, Gehaltsbestimmung 131
Veraschung organischer Substanzen auf nassem Wege 299
Veratridin, papierchromatographische Bestimmung 76
Veratrinalkaloide, papierchromatographische Trennung 76
Veratrinsäure, R_f-Wert 76
Veratrol, Reagens zur photometrischen Bestimmung von Cer(IV) 228
Verbrennungsgase, Bestimmung von CO_2 durch Absorption in organischen Lösungsmitteln 233
Vernin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Veronal, siehe Barbital
Vioform, Bestimmung des Chlor- und Jodgehaltes 132
Vitamin A, photometrische Bestimmung in Margarine 442; Trennung von Carotinen mit Hilfe von entfettetem Knochenmehl 442
Vitamin D, biologische Bestimmung unter Verwendung von radioaktivem Phosphor 444
Vitamine, polarographische Bestimmung 203
Vollblut, Bestimmung in homogenisiertem Gewebe 155
Voltammetrie bei konstantem Strom 204

Warburg-Apparatur zur gleichzeitigen kontinuierlichen Mikrobestimmung von CO_2 und O_2 140
Waschmittel, chemische Charakteristiken anionaktiver Waschmittel 125; Bestimmung anionaktiver Waschmittel in Abwasser 454
Wasser, Einfluß von Methanol auf die Bestimmung nach Karl Fischer 13; photometrische Bestimmung mit Hilfe der Extinktionsmessung an $CoCl_2$ 357, 358; Bestimmung in Emulsionen, Salben und Pasten 60; Routinebestimmung von Tritium 215; photometrische Titration kleiner Calciummengen 450; colorimetrische Bestimmung von Bor 451; kleiner Thoriummengen 451; Bestimmung von Sulfat als Bariumsulfat 295; von Selen 452; Nachweis der Verunreinigung von Oberflächenwasser mit Abwässern der Erdölraffinerien 453; turbidimetrische Be-

stimmung von Naphthensäuren in Naphthawässern und Abwässern 452; siehe auch Abwasser sowie Mineralwasser und Seewasser
Wasserstoff, Absorptionsröhrchen zur Halbmikrobestimmung 300; spektrochemischer Nachweis mit dem Niederspannungsfunken 194; elementaranalytische Bestimmung mit neuem Katalysator 299; Bestimmung von Schwefelwasserstoffspuren 293
Wasserstoffperoxyd, Nachweis mit Luminolindicatorpapier 215; Bestimmung 310; mit Titansulfat 215; durch Chemoluminescenz 202; Halbstufenpotential 388
Wein, Untersuchung verschiedener Kaliumbestimmungsmethoden 396; Bestimmung von Kalium 395; von Citronensäure als Pentabromaceton 396; Nachweis von Glucon-, Glucuron- und Galacturonsäure 397
Weinsäure, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Wismut, photometrische Titration mit Komplexon III 289; spektralphotometrische Bestimmung mit Hilfe des Wismut-Äthylendiamintetraessigsäurekomplexes 289; amperometrische Titration mit Triphenylselenoniumchlorid 281; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Abtrennung mit Arsanilsäure 190; Bestimmung mit Thioharnstoff in Blei 463; von Kupfer neben Wismut in Blei 10
Wolfram, Mikronachweis 363; gravimetrische Bestimmung mit Chloropentamminkobalt(III)-chlorid 363; Bestimmung von Spuren in Silicium 121

Xanthin, Nachweis in Zuckerrüben und deren Samen 52
Xanthindehydrogenase, colorimetrische Bestimmung 158
Xanthyletin, chromatographische Abtrennung 435
Xylol, emissionssteigernde Wirkung in der Flammenphotometrie 86
Xylose, Farbreaktion 307
d-Xylose, cerimetrische Bestimmung 383

Ytterbium, Trennung von Lanthan 230; R_f-Wert 230
Yttrium, Halbstufenpotential 230; thermogravimetrische Untersuchung des Oxinats 227; Trennung von Lanthan 230; R_f-Wert 230

Zellmassen, oxydimetrische Bestimmung in Hefekulturen 57
Zerstäuber, für papierchromatographische Zwecke 212; siehe auch elektrostatischer Zerstäuber
Zigaretten, Bestimmung von Nicotin und Teerprodukten 442
Zigarettenrauch, Bestimmung von Nicotin 54
Zimtaldehyd, Identifizierung 346; polarographische Bestimmung 309
Zincon, siehe 2-Carboxy-2′-oxy-5′-sulfoformazylbenzol
Zink, Einfluß auf die Wismutbestimmung mit Arsanilsäure 191; Bestimmung mit Anthranilsäure 284; fluorimetrische Bestimmung mit Derivaten des Salicylaldehyds 223; röntgenspektroskopische Bestimmung 198; komplexometrische Bestimmung mit Zincon als Indicator 224; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 247; Bestimmung des leichtlöslichen Anteiles im Boden 45; polarographische Bestimmung in Kupfer und seinen Salzen 460; Bestimmung in Cadmium 224; in Reinstaluminium 461; kleiner Mengen in Aluminiumlegierungen 120; von Spuren in Silicium 121; Bestimmung in pharmazeutisch verwendetem Glas 62; in Camembertkäse 439; von ^{65}Zn in Geweben 137; spektrochemische Bestimmung im Blut 137; Bestimmung von Cadmium 224; von Nickel in Gegenwart von Zink 376
Zinkäthylen-bis-dithiocarbaminat, Bestimmung 49
Zinkblende, Bestimmung von Germanium 234
Zinklegierungen, spektrophotometrische Bestimmung von Kupfer 463
Zinn, Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; Titration mit Jodmonochloridlösung 283; Abtrennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 245; Bestimmung in organischen Substanzen 303
Zinn(II), Störung der Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 375; chronopotentiometrische Titration 205; Bestimmung mit dem System Brom-Quecksilber(II)-sulfat 280
Zinn(IV), Einfluß auf den Nachweis von Zirkonium 343
Zirkonium, Einfluß auf die Bestimmung von Thorium 353; auf die Bestimmung von Niob und Tantal 292; p_H-Bereich der Oxychinolinfällung 281; Nachweis

mit Brenzcatechinviolett in Gegenwart von Komplexon 339; colorimetrische Bestimmung mit Alizarin S 235; Bestimmung neben Thorium 238; Bestimmung in Magnesiumlegierungen 460

Zucker, Photometrierung der Farbreaktionen auf Papier 2; Bestimmung durch Lichtreflexion auf Papierchromatogrammen 383; Bestimmung mit Hilfe komplexonhaltiger Kupferlösung 40; cerimetrische Bestimmung 382; chromatographische Trennung an Kohle und Cellulosepulver 40; Bestimmung in Blut 384

Zuckerindustrie, Aräometer und seine Fehlerquellen 362

Zuckerlösungen, Nachweis von d-Fructose 384

Zuckerrohr, verteilungschromatographische Identifizierung und Bestimmung stickstofffreier organischer Säuren 52

Zuckerrübe, Nachweis von Purinen, Pyrimidinen, Harnsäure und Betain 51; Bestimmung der stickstofffreien Säuren 51

Zuckerrübenprodukte, chromatographische Analyse 50

Zuckerrübensamen, Nachweis von Purinen, Pyrimidinen, Harnsäure und Betain 51

Zweibasische Säuren, Bestimmung der Dissoziationskonstanten 358

Zweiwertige Metalle, Trennung durch Ionenaustausch von Eisen(III) 373